Einfluss verschiedener Legierungselemente auf Mikrostruktur und Werkstoffeigenschaften von Al-Li-Legierungen

vorgelegt von
Dipl.-Ing.
Tina Schlingmann
geb. in Berlin

von der Fakultät III - Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktorin der Ingenieurwissenschaften
- Dr.-Ing. -

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss

Vorsitzender: Prof. Dr.-Ing. Manfred H. Wagner
Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. Walter Reimers
Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Birgit Skrotzki

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 09.Februar 2016

Berlin 2016
D83

Die vorliegende Arbeit entstand bei der Otto Fuchs KG, Meinerzhagen

Kurzfassung

Aufgrund des steigenden Bedarfs der Flugzeugindustrie an Strukturelementen mit höherem Leistungsgewicht sind im metallischen Bereich die Al-Li-Werkstoffe wegen ihrer vorteilhaften Dichte in den Mittelpunkt des Interesses gerückt. Die aktuelle Generation der Al-Li-X-Legierungen wird bereits in begrenztem Maß eingesetzt, stößt jedoch durch das Zulegieren von kostenintensiven Elementen wie Silber an die preisliche Akzeptanzgrenze der Flugzeughersteller. Des Weiteren wird auch in den mechanischen Eigenschaften Verbesserungspotential gesehen.

Die vorliegende Arbeit soll dazu beitragen, noch bestehende Kenntnislücken zur Wirkungsweise bestimmter Legierungselemente auf das Ausscheidungsverhalten und auf die daraus resultierenden mechanischen Eigenschaften zu schließen. Dafür wurden stranggepresste Flachstangen aus der bestehenden Legierung AA2050 und aus sechs entsprechenden Versuchslegierungen gefertigt. Die Untersuchungen beleuchten die Entwicklung der Mikrostruktur und der mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit von den Warmauslagerungsparametern. Mittels Lichtmikroskop, Raster- und Transmissionselektronenmikroskop war es möglich, eine detaillierte Darstellung der ausscheidungshärtenden Phasen in Korrelation zu den mechanischen Eigenschaften aufzuzeigen. Trotz der Erhöhung des Kupfergehalts (> 3,5 Gew.%) über die angenommene Löslichkeitsgrenze wurde ein zunehmender Gehalt an Ω- und T_1-Phase nachgewiesen, die eine Festigkeitssteigerung bewirken, wie sie auch durch das teure Legierungselement Silber herbeigeführt wird. In Kombination mit einem erhöhten Magnesiumgehalt von 1,1 Gew.% ist die Ausscheidungsdynamik der Ω- und T_1-Phase jedoch durch das dominante Ausscheiden der S-Phase unterdrückt. Durch die Zugabe von 0,5 Gew.% Silizium haben sich keine ausscheidungshärtenden Phasen gebildet.

Abstract

The continuous demand of the aerospace industry for structural components with increased power-to-weight ratio has promoted the Al-Li-alloys to the center of attention for metallic development, on account of their advantageous density. The applications of the current generation of Al-Li-alloys are not yet widespread within the industry due to their reliance on expensive alloying elements like silver. Additionally there is potential to further improve mechanical properties through systematic alloy design.

The aim of the thesis is to provide a better understanding and fill in gaps in the current knowledge of how certain alloying elements affect the precipitation behavior and therefore mechanical properties.

Extruded profiles were produced from the commercial alloy AA2050 and six further experimental alloys. The evolution of the microstructure and corresponding mechanical properties were investigated with respect to heat treatment parameters for ageing. Optical microscopy, scanning electron microscopy, transmission electron microscopy and tensile testing techniques were used to provide a detailed description of the precipitation phases, in order to correlate them with the resulting mechanical properties.

With increasing copper content, (> 3,5 wt.%) even above the assumed solid solubility limit, an increase in the amount of the Ω and T_1 phases was detected, which results in improved tensile strength and can also be achieved through the addition of the expensive alloying element silver. When this raised copper content is combined with an increased magnesium content of 1,1 wt.%, the precipitation kinetics of the Ω and T_1 phase are suppressed by the dominant precipitation of S-phase. The addition of silicon did not result in the precipitation of hardening phases.

Danksagung

Mein erster Dank geht an Herrn Prof. Dr. rer. nat. Reimers, der meine Promotion als Doktorvater in vorbildlicher Weise betreut und die Zusammenarbeit allzeit konstruktiv und offen gestaltet hat. Zudem bedanke ich mich bei Prof. Dr. Reimers für die Übernahme eines Gutachtens. Gleichermaßen danken möchte ich Frau Prof. Dr.-Ing. Skrotzki für die Betreuung und Begutachtung der Arbeit sowie ihr stetes Interesse am Fortgang der TEM-Untersuchungen und zahlreichen Diskussionen in denen ich wertvolle Anregungen erhalten habe.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Wagner danke ich für die Übernahme des Vorsitzes der Promotionskommission.

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als Ingenieurin für Werkstoffentwicklung bei der Fa. Otto Fuchs KG am Fachgebiet Metallische Werkstoffe der Technischen Universität Berlin.

Ein besonderer Dank gilt Herrn Dr.-Ing. J. Becker, meinem Betreuer bei der Fa. Otto Fuchs KG, für die Anregung zu diesem Thema, die Betreuung und die Unterstützung bei den vielen Versuchen; gefolgt von Herrn Dr.-Ing. G. Terlinde und Herrn Dr.-Ing. T. Witulski, dem Leiter des Ressorts für Werkstoffe der Fa. Fuchs, für das stete Interesse am Fortgang dieser Arbeit. Darüber hinaus danke ich Herrn Stefan Laartz für seine Unterstützung während der gesamten Zeit.

Einen Dank an das Bundesministerium für Wirtschaft und Energie für die Förderung des Projekts „CORINNA“, Fkz: 20W1108F, im Rahmen dessen meine Doktorarbeit entstand.

Ein großes Dankeschön an Herrn Dr.-Ing. Leonardo Agudo Jácome von der Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung für die exzellente Arbeit am TEM und für die vor allem geduldige und sehr aufschlussreiche Unterstützung.

Ich danke dem gesamten Team des Instituts für Metallische Werkstoffe der Technischen Universität Berlin und dem Forschungszentrum Strangpressen. Das stets hilfsbereite Umfeld gestaltete mir das Arbeiten in Berlin sehr angenehm. Insbesondere danke ich Herrn Dr.-Ing. S. Gall für sein großes Engagement und

die wertvollen Tipps bei der Erstellung meiner Arbeit. Ich danke Herrn Dr.-Ing. Sören Müller, Frau Sabine Quander, Frau Dr.-Ing. Bettina Camin und Herrn Dr.-Ing. Martin Lentz für Ihre besondere Unterstützung.

Weiterhin möchte ich mich bei meinen Otto-Fuchs-Kollegen bedanken. Insbesondere bei Herrn Andreas Mücke, der mich während der gesamten Zeit tatkräftig bei der Probenpräparation und –untersuchungen unterstützt und mir das Arbeiten wesentlich erleichtert hat. Ein großes Dankeschön an Herrn Dr.-Ing. Bernd Koch für die Unterstützung bei der Arbeit mit der Simulationssoftware Fact Sage.

Ein ganz besonderer Dank geht an Herrn Thomas Wehrs von Professionelle Exzellenz für den stetigen Rückhalt, den ich von ihm bekommen habe.

Ein Dankeschön an Frau Elvira Borchardt für das finale Korrekturlesen.

Zu guter Letzt möchte ich von ganzem Herzen meinen Eltern danken für Ihre uneingeschränkte Unterstützung und den Rückhalt, den sie mir auf meinem ganzen Lebensweg gegeben haben.

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung III

Abstract IV

Danksagung V

Inhaltsverzeichnis VII

Abbildungsverzeichnis X

Tabellenverzeichnis XVII

Normenverzeichnis XIX

Formelzeichen und Abkürzungen XX

1 Einleitung 1

2 Stand der Kenntnisse 3

2.1 Das Element Aluminium 3

2.2 Phasen und Ausscheidungen 4

2.2.1 Metallkunde 4

2.2.2 Mechanismus der Ausscheidungshärtung 8

2.3 Al-Cu-Li-X-Legierungen 11

2.3.1 Einfluss und Wirkung typischer Legierungselemente 12

2.3.2 Typische Phasen in Al-Cu-Li-X-Legierungen 23

2.4 Indirektes Strangpressen von Aluminiumwerkstoffen 34

3 Ziel der Arbeit 36

4 Methoden und experimentelle Grundlagen 37

4.1 Thermodynamische Simulationsrechnungen 37

4.2 Herstellung der untersuchten Werkstoffzustände 40

4.2.1 Kokillenguss und anschließende Homogenisierung 40

4.2.2 Strangpressen, indirekt 42

4.2.3 Kaltverformung (Recken) 43
4.2.4 Wärmebehandlungen 44
4.3 Analyse der Gefügestruktur 45
4.3.1 Probenlage 45
4.3.2 Metallographische Präparation 46
4.3.3 Mikroskopische Untersuchungen 49
4.4 Charakterisierung physikalischer, chemischer und mechanischer Eigenschaften 56
4.4.1 Funkenemissionsspektrometrie 56
4.4.2 Härteprüfung nach Brinell 56
4.4.3 Zugversuch 57
5 Darstellung der experimentellen Ergebnisse 58
5.1 Versuchslegierungen und thermodynamische Berechnungen 58
5.2 Gefüge im Gusszustand 65
5.3 Gefüge im stranggepressten Zustand 67
5.3.1 Makroskopische Gefügeuntersuchung 67
5.3.2 Gefügeuntersuchung im Lichtmikroskop (LiMi) 67
5.3.3 Gefügeuntersuchung im Rasterelektronenmikroskop (REM) 70
5.3.4 Gefügeuntersuchung im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) 75
5.4 Die Brinellhärte und die mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit vom Warmauslagerungszustand 88
5.4.1 Brinellhärte (HBW) 88
5.4.2 Zugversuchskennwerte 90
6 Diskussion 96
6.1 Korrelationen zwischen Mikrogefüge (TEM) und der Brinellhärte und den mechanischen Eigenschaften bei gleichen Warmauslagerungsparametern 96

6.2 Einfluss des Mikrogefüges (TEM) auf die Brinellhärte und die mechanischen Eigenschaften mit zunehmender Warmauslagerungsdauer ... 110

6.3 Auswirkungen der Legierungszusammensetzung auf die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften in Korrelation zur Referenzlegierung XL10 119

6.3.1 Wirkung des Legierungselements Si ... 121

6.3.2 Wirkung des Legierungselements Cu ... 123

6.3.3 Wirkung des Legierungselements Mg ... 124

6.3.4 Wirkung des Legierungselements Ag ... 126

7 Zusammenfassung und Ausblick ... 128

8 Literaturverzeichnis ... 131

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1-1: Anwendungsbeispiele von Al-Li-Legierungen der dritten Generation in Hauptstrukturen eines Transportflugzeugs [Pra14] 2

Abb. 2-1: Kfz-Struktur. (a) Elementarzelle des kfz-Punktgitters; (b) Atome berühren sich entlang der Flächendiagonalen mit Gitterkonstante a [Got07] 3

Abb. 2-2: Schematische Darstellung eines Schnitts durch eine GP-Zone in Al-Cu [Got07] 7

Abb. 2-3: Einfluss der Abkühlungsgeschwindigkeit auf die ausgebildete Mikrostruktur. Schematische Darstellung des Aushärtungsprozesses (nach [Tal99]) 8

Abb. 2-4: Schematische Darstellung des lokalen Gleitens beim Schneiden von feinen Ausscheidungen (a); der Spannungsüberhöhungen an den Korngrenzen-Tripelpunkten aufgrund der Anwesenheit von PFZ [Pol06] 9

Abb. 2-5: Schematische Darstellung des aufzubringenden Spannungsbetrages über den Teilchendurchmesser [Kam09] 10

Abb. 2-6: Struktur von Phasengrenzflächen (a) kohärent, (b) teilkohärent, (c) inkohärent [Got07] 10

Abb. 2-7: Schematische Darstellung der drei Auslagerungszustände unteraltert, peak-aged und überaltert (nach [Tal99]) 11

Abb. 2-8: Darstellung der Löslichkeitsgrenze bei 500 °C in Abhängigkeit von den Cu- und Li-Gehalten unterschiedlicher Al-Cu-Li-Legierungen (modifiziert nach [War06]) 17

Abb. 2-9: Schematische Darstellung einiger Eigenschaften als Funktion des Cu- und Li-Gehalts in Al-Cu-Legierungen (modifiziert nach [War06]) 18

Abb. 2-10: Schematische Darstellung der Mikrostruktur (Ausscheidungen und Dispersoide) der Al-Li-Legierungen 2099 und 2199 (modifiziert nach [Giu08, Rob12]) 23

Abb. 2-11: Schematische Darstellung der Kristallstruktur der T_1-Phase, basierend auf dem Modell von Huang und Ardell [Hua87] gemäß [Sma90], erstellt mit Vesta [VES] 25

Abb. 2-12: Schematische Darstellung der Kristallstruktur der Ω-Phase gemäß [Wan05], erstellt mit Vesta [VES] 28

Abb. 2-13: Schematische Darstellung der Kristallstruktur der S-Phase gemäß [Per43] und [Wan05], erstellt mit Vesta [VES] 29

Abb. 2-14: Schematische Darstellung der Kristallstruktur der β'-Phase gemäß [Tsi10, Wan05], erstellt mit Vesta [VES] 30

Abb. 2-15: Schematische Darstellung der Kristallstruktur der δ'-Phase gemäß [Pol06], erstellt mit Vesta [VES] 31

Abb. 2-16: Entwicklung der Vickers-Härte während der Wärmebehandlung bei 155 °C (h) an den Legierungen AA2198 und AA2196 (nach [Des12]) 32

Abb. 2-17: Schematische Darstellung der Kristallstruktur der θ'-Phase gemäß [Sil53, Wan05], erstellt mit Vesta [VES] 33

Abb. 2-18: Schematische Darstellung des indirekten Strangpressens ohne Schale [Mül07] 35
Abb. 2-19: Schematische Darstellung der Blockzonen beim indirekten Strangpressen [Mül07] 35
Abb. 4-1: PHASE DIAGRAM-Berechnung mittels FactSage einer Al-Cu-Mg-Li-Musterlegierung mit festen Gehalten von 0,5 Gew.% Mg, 1,0 Gew.% Li und einem variablen Gehalt von 3,2-4,2 Gew.% Cu 39
Abb. 4-2: EQULIB-Berechnung mittels FactSage einer Al-Cu-Mg-Li-Musterlegierung mit einer festen Legierungszusammensetzung von 0,5 Gew.%, 1,0 Gew.% Li, 3,5 Gew.% Cu und 95,0 Gew.% Al..... 40
Abb. 4-3: Vakuuminduktionsofen VIM100 am IME der RWTH Aachen: a) Außenansicht des Ofens, b) Ofenkammer von innen mit bestücktem Schmelztiegel und Kokille, c) Einsatzmaterial Li, Mg und Ti, das über die Schleuse (d) kurz vor Abguss chargiert wird, e) Tiegel zur Probenentnahme aus der flüssigen Schmelze (f), g) Ziehen des erstarrten Blocks aus der Kokille, h) fertiger Block 41
Abb. 4-4: Indirekte Strangpresse 15 MN-Strangpresse bei Otto Fuchs: a) Transport des erwärmten Bolzens vom induktiven Durchlaufofen zum Aufnehmer, b) Laden des erwärmten Bolzens, c) Extrusion der Rechteckflachstange durch indirektes Strangpressen 43
Abb. 4-5: Schematische Darstellung eines stranggepressten Profilabschnitts mit den Richtungsbezeichnungen L, ST und LT..... 46
Abb. 4-6: Schematische Darstellung einer Anodisationszelle [Warn10] 48
Abb. 4-7: HF-CTEM (a) und HF-STEM (b) der Legierung XL08 im Vergleich 51
Abb. 4-8: SAD-Bilder ZA $[112]_{Al}$ der Legierung XL01 ohne Energiefilter (a) und energiegefiltert (b)..... 52
Abb. 4-9: HF-Aufnahme in ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL08 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, S-, β'- und θ'-Phase (b) und zugehörige schematische Darstellung der Beugungsreflexe (a); HF-Aufnahme in ZA $[112]_{Al}$ der Legierung XL08 (153 °C, 24h), mit identifizierter Ω/T1- und β'-Phase 53
Abb. 4-10: Legierung XL08 (153 °C, 24h) von links nach rechts: BF-STEM mit Beugungskontrast, DF-STEM mit Z-Kontrast und der Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe)..... 55
Abb. 4-11: Probengeometrie der Rundstäbe in L- und LT-Richtung gemäß DIN 50125 57
Abb. 5-1: Thermodynamische Berechnung (Tool: Phas Diagram) mittels FactSage der Referenzlegierung XL10 über einen variierenden Cu-Gehalt von 3,2-4,5 Gew.% 59
Abb. 5-2: Thermodynamische Berechnung mittels FactSage der Versuchslegierung XL11 über einen variierenden Mg-Gehalt von 0,3-1,3 Gew.% 60
Abb. 5-3: Thermodynamische Berechnung (Equilib) mittels FactSage der Versuchslegierung XL01, Auftragung der Phasengehalte bis zu 8 Gew.% innerhalb eines Temperaturbereichs von 100-800 °C 61
Abb. 5-4: Thermodynamische Berechnung (Equilib) mittels FactSage der Versuchslegierung XL01, Auftragung der Phasengehalte bis zu 2 Gew.% innerhalb eines Temperaturbereichs von 100-800 °C 62

Abb. 5-5: Thermodynamische Berechnung (Equilib) mittels FactSage der Versuchslegierung XL02, Auftragung der Phasengehalte bis zu 1 Gew.% innerhalb eines Temperaturbereichs von 100-200 °C 63

Abb. 5-6: Thermodynamische Berechnung (Equilib) mittels FactSage der Versuchslegierung XL02, Auftragung der Phasengehalte bis zu 1,5 Gew.% innerhalb eines Temperaturbereichs von 500-650 °C..... 64

Abb. 5-7: LiMi-Aufnahme eines Gussgefüges vom Querschliff der Legierung XL08. Der Gussanfang (a) zeigt deutlich feinere Körner als das Gussende (b) (Barker-Ätzung.) 66

Abb. 5-8: LiMi- Aufnahmen eines geätzten Gussgefüges vom Querschliff der Legierungen XL01 (a) mit groben Primärerstarrungen an den Korngrenzen und XL08 (b), in dem keine groben Phasen vorliegen, (Dix-Keller-Ätzung). 66

Abb. 5-9: Geätzte Makro-Querschliffe der Legierung XL14 vom Stranganfang mit feinem Gefüge (unten) und dem Strangende mit gröberem Gefüge (oben). 67

Abb. 5-10: Längsschliffe (a,b) und Querschliffe (c,d) eines nicht rekristallisierten Mikrogefüges der Legierung XL08 ohne grobe Ausscheidungen (a,c) und XL02 mit groben Ausscheidungen (b,d) (Barker-Ätzung)..... 68

Abb. 5-11 LiMi-Aufnahmen von geätzten Längsschliffen der stranggepressten Profile der Legierungen XL13 (a) mit groben Primärerstarrungen an den Korngrenzen und XL10 (b) ohne grobe Phasen, (Dix-Keller-Ätzung). 69

Abb. 5-12: Geätzte Mikrogefüge vom Längsschliff eines LT-Zugstabs Si-freier Legierung XL08 ohne grobe Ausscheidungen (a) und der Si-haltigen Legierung XL02 mit groben Phasen an den Korngrenzen (b) (Dix-Keller-Ätzung). 70

Abb. 5-13: REM-Aufnahmen der Bruchfläche eines LT-Zugstabs der Si-freien Legierung XL08 ohne grobe Ausscheidungen (a) und der Si-haltigen Legierung XL02 mit groben Phasen an den Korngrenzen (siehe Pfeil), (b) 70

Abb. 5-14: REM-Aufnahmen vom Längsschliff eines LT-Zugstabs der Legierung XL02 zeigen grobe Al-Cu-Si-Partikel (siehe Pfeile) mit Rissbildung entlang der Korngrenze..... 71

Abb. 5-15: REM-Aufnahmen vom Längsschliff der Legierung XL02 im lösungsgeglühten Zustand: EDX-Analysen von groben Al-Si-Phasen (Messpunkt 2) und Al-Mn-Cu-Phasen (Messpunkt 3) (links); EDX-Mapping der groben Si-haltigen Phasen (rechts)..... 72

Abb. 5-16: REM-Aufnahmen der Legierung XL13 im Gusszustand 73

Abb. 5-17: REM-Aufnahmen vom Längsschliff der Legierung XL13 im lösungsgeglühten Zustand 73

Abb. 5-18: REM-Aufnahmen vom Längsschliff der Legierung XL13 im warmausgelagerten Zustand (153 °C, 48 h)..... 74

Abb. 5-19: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL10, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h..... 76

Abb. 5-20: HF-STEM-Aufnahme der Legierung XL10, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h mit auffälligem Partikel, der eine längliche Morphologie aufweist und durch runde Kappen begrenzt ist (siehe Pfeil)..... 77

Abb. 5-21: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL08, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h 78

Abb. 5-22: HF-STEM (a) und DF-STEM-Aufnahme (b) der Legierung XL08, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h mit Partikeln an den Korngrenzen (siehe Pfeil) und PFZ (siehe gestrichelte Ovale)..... 78

Abb. 5-23: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL01, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h mit Ω/T_1-, β'- und S-Phase..... 79

Abb. 5-24: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL02, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h 81

Abb. 5-25: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL11, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h 82

Abb. 5-26: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL14, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h 83

Abb. 5-27: HF-STEM-Aufnahme mit Versetzungsstrukturen (siehe eingekreister Bereich) und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL13, Warmauslagerungszustand 153 °C, 8 h 86

Abb. 5-28: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL13, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h 87

Abb. 5-29: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL13, Warmauslagerungszustand 153 °C, 48 h 87

Abb. 5-30: Brinellhärte (HBW 2,5/62,5, absolute Messunsicherheit ± 3 HBW) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h 89

Abb. 5-31: Zugfestigkeitsentwicklung (R_m, absolute Messunsicherheit ± 3 MPa) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; L-Richtung. 91

Abb. 5-32: 0,2 % Dehngrenzen ($R_{p0,2}$, absolute Messunsicherheit ± 2 MPa) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; L-Richtung. 93

Abb. 5-33: Bruchdehnungsverlauf (A_5, absolute Messunsicherheit ± 0,4 %) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; L-Richtung. 94

Abb. 6-1: Entwicklung der Dehngrenzen ($R_{p0,2}$, absolute Messunsicherheit ± 2 MPa) der Versuchslegierung XL13 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; L-Richtung. 111

Abb. 6-2: DF-STEM-Aufnahme (a), DF-CTEM-Aufnahme (b) mit identifizierter β‘(+δ‘)-Phase und zugehörigem Beugungsbild in ZA $[001]_{Al}$ mit identifizierten Reflexen der β‘(+δ‘) und T_1-Phase der Legierung XL13, Warmauslagerungszustand 153 °C, 8 h (c) Detailausschnitt mit besserer Auflösung des Beugungsbilds (d) 112

Abb. 6-3: HF-STEM-Aufnahme (a+c) und BF-STEM-Aufnahme (b+d) in ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL13 (153 °C, 8 h) mit Versetzungslinien in <110> und zugehörigen EDX-Analysen (e)..... 113

Abb. 6-4: Die Entwicklung des mittleren (a) Durchmessers und (b) der Dicke der T_1-Phase, ermittelt aus Bildern, aufgenommen durch in situ SAXS für drei Verformungsgrade (0,5%, 2,5% und 12%). (c) Entwicklung des Volumenanteils der T_1-Phase, ermittelt durch DSC-Messungen (absolute Messunsicherheit ± 0,1 %) und (d) Dichte der Anzahl an T_1-Phasen während der Warmauslagerung bei 155 °C, [Dor14b] 115

Abb. 6-5: (a) Die Dehngrenze, aufgetragen als Funktion der Auslagerungsdauer und (b) die Entwicklung der Dehngrenze (absolute Messunsicherheit ± 10 MPa) als Funktion des Volumenanteils der T_1-Phase während einer Zweistufenauslagerung von 18 h bei 155 °C und 190 °C an 2,5% vorverformter Probe, [Dor14b] 116

Abb. 6-6: Entwicklung der Dehnung (A_5, absolute Messunsicherheit ± 0,4 %) der Versuchslegierung XL13 in Relation zur Referenzlegierung XL10 nach 8 h, 24 h und 48 h Auslagerungsdauer bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C; L-Richtung. 118

Abb. 6-7: Zugfestigkeit R_m aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 24h; L-Richtung 120

Abb. 6-8: Dehngrenze $R_{p0,2}$ aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 24h; L-Richtung 120

Abb. 6-9: Dehnung A_5 aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 24h; L-Richtung 121

Abb. B-1: Legierung XL01 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, S- und β‘(+δ‘)-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe) 143

Abb. B-2: Legierung XL02 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, S-, θ‘ und β‘(+δ‘)-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild

mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe) 144

Abb. B-3: Legierung XL08 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, S-, θ'- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe) 145

Abb. B-4: Legierung XL10 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, θ'- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe) 146

Abb. B-5: Legierung XL11 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, S- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe) 147

Abb. B-6: Legierung XL13 (153 °C, 8h) mit identifizierter T1-, S- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe) 148

Abb. B-7: Legierung XL13 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, S- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe) 149

Abb. B-8: Legierung XL13 (153 °C, 48h) mit identifizierter Ω/T1-, S- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe) 150

Abb. B-9: Legierung XL14 (153 °C, 24h) mit identifizierter S-, θ'- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe) 151

Abb. B-10: Zugfestigkeitsentwicklung (R_m, absolute Messunsicherheit ± 3 MPa) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; LT-Richtung. 152

Abb. B-11: 0,2 % Dehngrenzen ($R_{p0,2}$, absolute Messunsicherheit ± 2 MPa) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; LT-Richtung. 152

Abb. B-12: Bruchdehnungsverlauf (A_5, absolute Messunsicherheit ± 0,4 %) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; L-Richtung. 153

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Übersicht typischer Phasen in Al-Li-X-Legierungen mit Angaben zu Gitterparametern und den wesentlichen Merkmalen. In fett hervorgehoben ist nach dem Stand der Forschung die wahrscheinlichste Struktur der jeweiligen Phasen. 24

Tabelle 4-1: Homogenisierungsparameter aller Versuchslegierungen 44

Tabelle 4-2: Lösungsglühparameter aller Versuchslegierungen 45

Tabelle 4-3: Zusammensetzung Ätzmittel Al M5 46

Tabelle 4-4: Zusammensetzung Ätzmittel nach Dix und Keller 47

Tabelle 5-1: Matrix der Versuchslegierungen (Soll-Zusammensetzung) 64

Tabelle 5-2: Chemische Ist-Zusammensetzungen der Versuchslegierungen am Gussanfang (im Kern) 65

Tabelle 5-3: Übersicht der Untersuchungsergebnisse im Licht- und Rasterelektronenmikroskop 75

Tabelle 5-4: Übersicht aller im TEM untersuchten Legierungen mit den jeweils identifizierten Haupt- und Nebenphasen im warmausgelagerten Zustand bei 153 °C, 24 h sowie der Angaben zum Vorkommen PFZ und Partikeln auf der Korngrenze (KG) 84

Tabelle 5-5: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen in der Legierung XL13 mit zunehmender Warmauslagerungsdauer (8 h/ 24 h/ 48 h) bei 153 °C 88

Tabelle 6-1: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der mechanischen Eigenschaften (absolute Messunsicherheit von ± 3 MPa für R_m, ± 2 MPa für $R_{p0,2}$, für A_5 ± 0,4 % und für HBW 2,5/62,5 ± 3 HBW) der Legierungen XL01 und XL08 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h. 97

Tabelle 6-2: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der Brinellhärte sowie der mechanischen Eigenschaften (absolute Messunsicherheit von ± 3 MPa für R_m, ± 2 MPa für $R_{p0,2}$, für A_5 ± 0,4 % und für HBW 2,5/62,5 ± 3 HBW) der Legierungen XL01 und XL02 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h. 100

Tabelle 6-3: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der Brinellhärte sowie der mechanischen Eigenschaften (absolute Messunsicherheit von ± 3 MPa für R_m, ± 2 MPa für $R_{p0,2}$, für A_5 ± 0,4 % und für HBW 2,5/62,5 ± 3 HBW) der Legierungen XL11 und XL14 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h. 103

Tabelle 6-4: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der Brinellhärte sowie der mechanischen Eigenschaften (absolute Messunsicherheit von ± 3 MPa für R_m, ± 2 MPa für $R_{p0,2}$, für A_5 ± 0,4 % und für HBW 2,5/62,5 ± 3 HBW) der Legierungen XL08 und XL14 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h. 106

Tabelle 6-5: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der Brinellhärte sowie der mechanischen Eigenschaften (absolute Messunsicherheit von ± 3 MPa für R_m, ± 2 MPa für $R_{p0,2}$, für A_5 ± 0,4 % und für HBW 2,5/62,5 ± 3 HBW) der Legierungen XL11 und XL13 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h. 108

Tabelle 6-6: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der Brinellhärte sowie der mechanischen Eigenschaften (absolute Messunsicherheit von ± 3 MPa für R_m, ± 2 MPa für $R_{p0,2}$, für A_5 ± 0,4 % und für HBW 2,5/62,5 ± 3 HBW) in der Legierung XL13 mit zunehmender Warmauslagerungsdauer von 8-48 h bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und der Referenzlegierung XL10 nach 153 °C, 24 h. 117

Tabelle A-1: Übersicht der gemäß Registration Record Series Teal Sheet [AA15] angemeldeten Al-Li-Legierungen vom Jahre 1984 bis 2014 142

Normenverzeichnis

CAW 15261-2: Measurement uncertainties in mechanical tests on metallic materials - Part 2: The evaluation of uncertainties in tensile testing, European Committee for Standardization, 2005

DIN 50125: Prüfung metallischer Werkstoffe - Zugproben. 2009, Beuth Verlag GmbH.

DIN EN 573-1: Chemische Zusammensetzung und Form von Halbzeug - Teil 1: Numerisches Bezeichnungssystem; Deutsche Fassung EN 573-1:2004. 2005, Beuth Verlag

DIN EN ISO 6506-1: Härteprüfung nach Brinell - Teil 1: Prüfverfahren. 2006, Beuth Verlag GmbH.

DIN EN ISO 6892-1: Zugversuch - Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur. 2009, Beuth Verlag GmbH.

DIN V 1739: Zerstörende Prüfung von Schweißverbindungen an metallischen Werkstoffen - Ätzungen für makroskopische und mikroskopische Untersuchung. 1996, Beuth Verlag GmbH.

Formelzeichen und Abkürzungen

Symbole und Formelzeichen:

Zeichen	Einheit	Bedeutung
A_5	[%]	Dehnung
α_{SS}	-	übersättigter Mischkristall
β'	-	Al_3Zr-Phase
β''	-	Mg_2Si-Phase
β' (+δ')	-	Kompositpartikel aus Al_3Zr-Phase und Al_3Li-Phase
δ	-	AlLi-Phase
δ'	-	Al_3Li-Phase
d_o	[mm]	Probendurchmesser am Zugstab gemäß DIN 50125
d_1	[mm]	Kopfdurchmesser am Zugstab gemäß DIN 50125
d_2	[mm]	Durchmesser des Zugstabansatzes gemäß DIN 50125
d_{krit}	-	kritischer Teilchendurchmesser
F_G	[MN]	Gesamtkraft beim indirekten Strangpressen
F_M	[MN]	Matrizenkraft beim indirekten Strangpressen
g	[mm]	Länge des Ansatzes gemäß DIN 50125
h	[mm]	Kopfhöhe gemäß DIN 50125
L_o	[mm]	Anfangsmesslänge am Zugstab gemäß DIN 50125
L_C	[mm]	Versuchslänge am Zugstab gemäß DIN 50125
L_t	[mm]	Gesamtlänge gemäß DIN 50125
$\Delta\tau_S$	-	Spannungsbetrag für Schneidemechanismus
$\Delta\tau_O$	-	Spannungsbetrag für Orowan-Mechanismus
$R_{p0,2}$	[MPa]	0,2 % Dehngrenze
R_m	[MPa]	Maximale Zugfestigkeit
S	-	Al_2CuMg-Phase
θ	-	Al_2Cu-Phase (stabil)
θ'	-	Al_2Cu-Phase (metastabil)
T	-	$Al_{20}Cu_2Mn_3$-Phase

Zeichen	Einheit	Bedeutung
T_1	-	Al_2CuLi-Phase
T_2	-	Al_6CuLi_3-Phase
Ω	-	~Al_2Cu-Phase

Abkürzungen:

Ag	chemisches Element Silber
Al	chemisches Element Aluminium
Cr	chemisches Element Chrom
Cu	chemisches Element Kupfer
CFK	kohlenstofffaserverstärkter Kunststoff
CTEM	„conventional“ TEM, konventionelle TEM
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
DF	mikroskopische Darstellung im Dunkelfeld
EDX	„energy dispersive X-ray“, energiedispersive Röntgenspektroskopie
Fe	chemisches Element Eisen
gegoss.	gegossener/Guss-Zustand
GP-Zone	Guinier-Preston-Zone
HAADF	“high angular annular darkfield”, ringförmige Weitwinkel-Dunkelfelddetektoren
HBW	Brinell-Härte
HF	mikroskopische Darstellung im Hellfeld
HRTEM	„high resolution“ TEM, hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie
IACS	„International Annealed Copper Standard”
IME	Institut für Metallurgische Prozesstechnik und Metallrecycling der RWTH Aachen
kfz	kubisch-flächenzentriert
KG	Korngrenze
L	„longitudinal“ , Längsrichtung
LT	„long-transvers“, lange Querrichtung
Li	chemisches Element Lithium
LiMi	Lichtmikroskopie
Lösg.	lösungsgeglühter Zustand

Mg	chemisches Element Magnesium
Mn	chemisches Element Mangan
PFZ	Partikelfreie Zone
PP	Primärphase
REM	Rasterelektronenmikroskopie
SAD	„selected area diffraction“, Beugungsbild im TEM
Sc	chemisches Element Scandium
Si	chemisches Element Silizium
ST	„short-transvers“, kurze Querrichtung
STEM	“scanning“ TEM, Rastertransmissionselektronenmikroskopie
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
Ti	chemisches Element Titan
warmausg.	warmausgelagerter Zustand
ZA	Zonenachse
Zr	chemisches Element Zirkon

1 Einleitung

Aluminiumwerkstoffe sind seit nun fast 100 Jahren in der Luftfahrt der wesentliche Struktur- und Funktionswerkstoff. In neuerer Zeit allerdings drängt sich die Frage auf, ob Aluminiumwerkstoffe zu Gunsten neuer Werkstoffe, z. B. auf Polymerbasis wie kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe (CFK), den Höhepunkt ihrer Lebenskurve erreicht haben und in Kürze möglicherweise überschreiten werden. Auslöser für diese Fragestellung ist die Tatsache, dass in neuen Flugzeugkonstruktionen wie der Boeing 787 und dem Airbus A350 Aluminiumwerkstoffe teilweise durch CFK ersetzt werden.

Das Bestreben der Forschung und Entwicklung dauert dennoch stets an, neue bzw. verbesserte Al-Legierungen zu erstellen, die durch ein wertvolles Eigenschaftspotential bestechen. Insbesondere Aluminium(Al)-Legierungen mit signifikantem Lithium-Zusatz (Li) überzeugen gegenüber konventionellen Al-Legierungen durch Eigenschaften wie eine geringe Dichte, eine gute Festigkeit und Bruchzähigkeit, ein hohes Elastizitätsmodul sowie eine verbesserte Rissfortschritts- und Korrosionsbeständigkeit und eignen sich deshalb hervorragend für Anwendungen in der Luft- und Raumfahrt. Technische Gründe für das Zulegieren von Li in Al-Legierungen sind [Ekv87, Ekv88, Giu08, Pic89, Pol06, Rio12, Zak03]:

- 1 Gew.% Li Zusatz führt zu etwa 3 % Dichtereduzierung
- 1 Gew.% Li Zusatz führt zu etwa 6 % Steigerung des E-Moduls
- die Zugabe von Li ermöglicht die Bildung von weiteren ausscheidungshärtenden Phasen
- die Zugabe von Li gewährleistet eine höhere Ermüdungsriss-beständigkeit

Die Kombination aus einer niedrigeren Dichte und den weiteren vorteilhaften Eigenschaften führt bei der heutigen Anwendung in der Luftfahrt zu 5-10 % leichteren Strukturen. Hierdurch können erhebliche Einsparungen im Kerosinverbrauch erzielt werden. Durch den zukünftigen Einsatz neuer Al-Li-X-Legierungen und einer legierungsangepassten Auslegung sind 10-20 %

leichtere Strukturen zu erwarten, die im Vergleich zu CFK-Konstruktionen aufgrund ihrer Herstellung, des Betriebs, der Wartung und nicht zuletzt der Recyclingfähigkeit erheblich kostengünstiger sind [Giu07].

Abb. 1-1 zeigt typische Anwendungsbeispiele von aktuellen Al-Li-Legierungen.

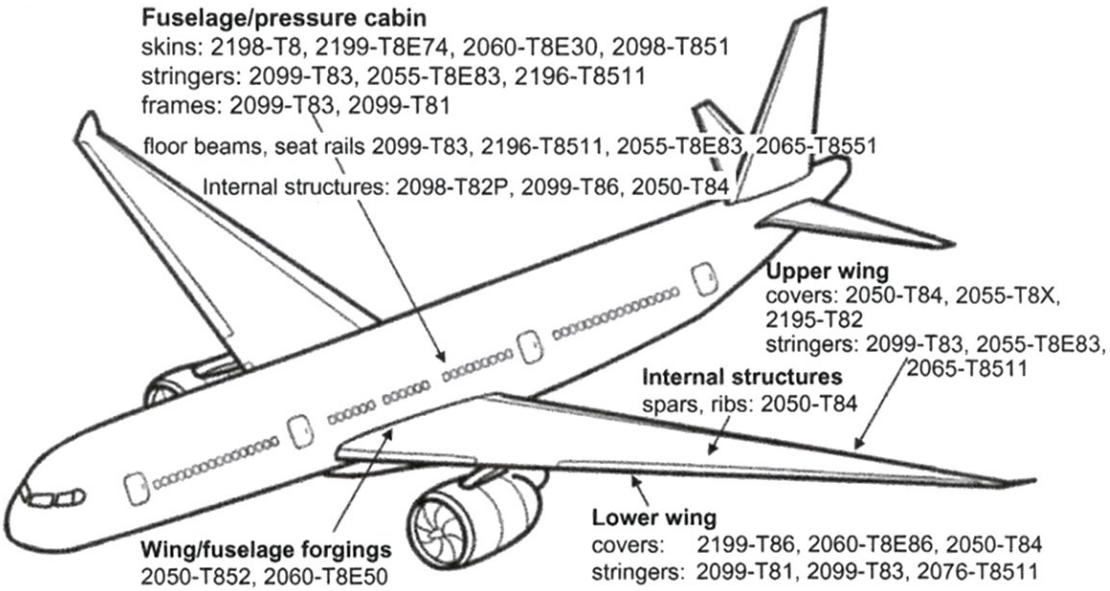


Abb. 1-1: Anwendungsbeispiele von Al-Li-Legierungen der dritten Generation in Hauptstrukturen eines Transportflugzeugs [Pra14]

In vergangenen Generationen dieses Legierungstyps war die Anisotropie der mechanischen Eigenschaften ein großes Thema. Ein erhebliches Verbesserungspotential lag des Weiteren in Eigenschaften wie dem Widerstand gegen Rissausbreitung in der kurzen Querrichtung, der noch zu geringen Korrosionsbeständigkeit und der thermischen Stabilität. Auch heute gilt es nach wie vor, das Verständnis der metallkundlichen Ursachen für die unerwünschten Eigenschaften zu verbessern, um die Anwendung in Strukturbauteilen der Luft- und Raumfahrtindustrie sicherzustellen [Giu08, Pol06, Rio12].

Die vorliegende Arbeit soll dazu beitragen, das Verständnis über Einfluss der Legierungselemente Kupfer (Cu), Silizium (Si), Magnesium (Mg) und Silber (Ag) auf die Phasen in der Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften zu verbessern.

2 Stand der Kenntnisse

2.1 Das Element Aluminium

Aluminium (Al) befindet sich in der 3. Hauptgruppe des Periodensystems, hat die Ordnungszahl 13 und eine Atommasse von 26,9815. Al weist ein kubisch-flächenzentriertes (kfz) Kristallgitter mit einer Gitterkonstanten a = 0,40496 nm auf (Abb. 2-1) [Kam09].

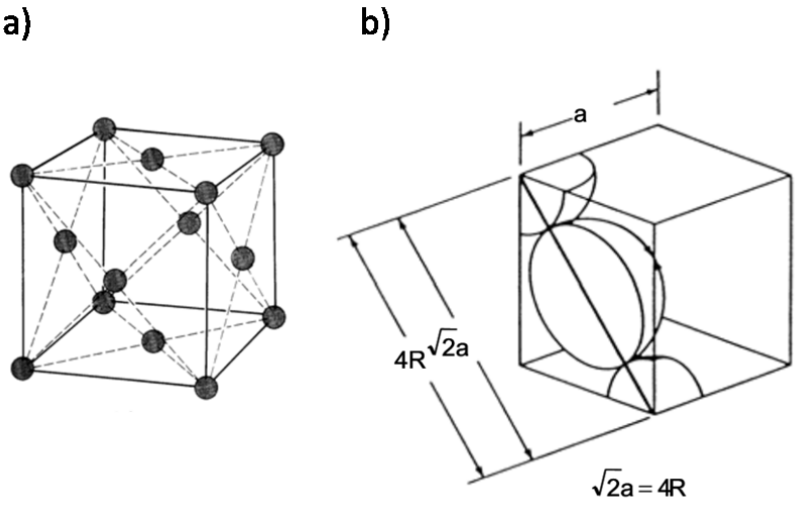


Abb. 2-1: Kfz-Struktur. (a) Elementarzelle des kfz-Punktgitters; (b) Atome berühren sich entlang der Flächendiagonalen mit Gitterkonstante a [Got07]

Reinstaluminium (Al99,99) hat bei 20 °C eine Dichte von 2,6989 g/cm³ und eine elektrische Leitfähigkeit von 64,95 % IACS (The International Annealed Copper Standard). Durch die Vielfalt seiner Eigenschaften und Möglichkeiten, diese gezielt zu kombinieren, ist es das nach Stahl am häufigsten verwendete Metall und findet in den verschiedensten Bereichen seine Anwendung. Seine Häufigkeit in der Erdkruste wird mit einem Massenanteil von 7,5 % angegeben [Chem15, Kam09]. Reinaluminium ist für die technische Anwendung zu weich und wird daher mit anderen Elementen legiert.

Aluminiumwerkstoffe kommen in Form von Guss- und Knetlegierungen vor, wobei sich im Rahmen der vorliegenden Arbeit nur mit den Knetlegierungen beschäftigt wird.

In der DIN EN 573-1 ist die Werkstoffbezeichnung von Aluminiumknetlegierungen geregelt. Die Bezeichnung für die chemische Zusammensetzung setzt sich aus vier Ziffern zusammen. Die erste Ziffer gibt wie folgt den Legierungstyp an:

- Aluminium, mindestens 99,00% und höher 1xxx (Serie 1000)
- Aluminiumlegierungen, unterteilt nach den Hauptlegierungselementen
    - Kupfer 2xxx (Serie 2000)
    - Mangan 3xxx (Serie 3000)
    - Silizium 4xxx (Serie 4000)
    - Magnesium 5xxx (Serie 5000)
    - Magnesium und Silizium 6xxx (Serie 6000)
    - Zink 7xxx (Serie 7000)
    - sonstige Elemente 8xxx (Serie 8000)
- nicht verwendete Serie 9xxx (Serie 9000)

Neben einigen Al-Li-X-Legierungen der 8xxx-Reihe gibt es eine Vielzahl an Legierungen vom Typ Al-Li-X, die auf dem 2xxx-System basieren, da der Anteil von Cu höher als der von Li ist und es somit als Hauptlegierungselement zählt [Pol06]. Die zweite Ziffer gibt Aufschluss darüber, ob es sich um eine Basislegierung (Ziffer 0) oder eine Modifikation (Ziffer 1 bis 9) handelt. Die dritte und vierte Ziffer geben die Position der Legierung innerhalb des Legierungstyps an, z. B. Legierung AA2050.

2.2 Phasen und Ausscheidungen

2.2.1 Metallkunde

In Kapitel 2.1 wurde bereits thematisiert, dass Reinaluminium für die technische Anwendung zu weich ist und zur Festigkeitssteigerung mit anderen Elementen legiert wird. Im Folgenden werden unterschiedliche Möglichkeiten der Festigkeitssteigerung erläutert. Die Grundüberlegung hierzu ist zunächst, die Bewegung von Versetzungen zu behindern. Die hierfür erforderlichen Hindernisse können sein [Kam09]:

- **Versetzungen.** Durch eine Kaltumformung wird die Festigkeit aufgrund der Versetzungsneubildung und der damit einhergehenden Zunahme der Versetzungsdichte erhöht. Dies wird als Kaltverfestigung bezeichnet.
- **Korngrenzen.** Bei der sogenannten Feinkornhärtung führt eine Verfeinerung der Korngröße zur Steigerung der Festigkeit. Da mehr Korngrenzen als Hindernisse für die Versetzungsgleitung vorhanden sind, kommt es zum Aufstau von Versetzungen an den Korngrenzen. Der lineare Zusammenhang zwischen der Kornverfeinerung und der Erhöhung der Festigkeit wird durch die sogenannte Hall-Petch-Beziehung beschrieben.
- **Fremdatome.** Bei der Mischkristallverfestigung führen gelöste Fremdatome zu Spannungsfeldern im Atomgitter, die von den gleitenden Versetzungen zu überwinden sind. Wichtige Elemente in Al-Legierungen sind hier z.B. Cu, Mg, Li und Ag.
- **Teilchen.** Die Teilchenhärtung bzw. Dispersoidverfestigung beruht auf dem Einbau von Teilchen (weitere Phasen oder Fremdteilchen) in den Gleitweg der Versetzungen. Dies geschieht z. B. durch eine Aushärtungsbehandlung, was in Kapitel 2.2.2 im Detail beschrieben wird.

Zunächst werden jedoch die unterschiedlichen zweiten Phasen beschrieben, die in Al-Legierungen auftreten können. Sie lassen sich, basierend auf dem Einfluss, den sie ausüben und den Temperaturbereichen, in denen sie sich bilden, in drei Klassen unterteilen: Gleichgewichtsphasen, Dispersoide und Ausscheidungen [Wan05].

Primärphasen bilden sich bei der Flüssig-fest-Reaktion während der Erstarrung. Im Allgemeinen handelt es sich um grobe Partikel zwischen 1-30 µm, die sich ggf. später bei Wärmebehandlungen im oberen Temperaturbereich, wie z.B. der Homogenisierung oder der Lösungsglühung, umwandeln oder teilweise auflösen können [Kam09]. Ist dies nicht der Fall, handelt es sich um unlösliche Primärphasen, die in der Regel durch Eisen(Fe)- und/oder Silizium (Si)-Verunreinigungen in der Legierung entstehen [Sta96]. Primärerstarrungen und insbesondere die unlöslichen Phasen sind in den meisten Anwendungen unerwünscht, weil sie sich nachteilig auf die

mechanischen Eigenschaften auswirken und eine Quelle für die Rissinitiierung und Korrosion darstellen können [Vas89]. Um die Volumenanteile dieser Phasen so klein wie möglich zu halten, werden in hochfesten Al-Legierungen die Fe- und Si-Gehalte minimal gehalten. Typische Maximalgehalte für Fe und Si sind 0,2 bzw. 0,1 Gew.% [Lew87].

Dispersoide bilden sich während der Homogenisierung des Gussblocks. Typische Dispersoidbildner sind Zirkon (Zr), Mangan (Mn), Chrom (Cr) und Scandium (Sc) für Phasen wie z. B. $Al_{20}Cu_2Mn_3$ oder Al_3Zr, die beispielsweise die Funktion haben, die Korngröße zu kontrollieren und die Rekristallisation zu hemmen [Bla91]. Dispersoide haben meist eine Größe von 10-200 nm. Da sie sich aus einer Festkörperreaktion bilden, ist mindestens eine ihrer Grenzflächen mit der Matrix kohärent. Dispersoide können nicht wieder durch Wärmebehandlungen aufgelöst werden [Sta96].

Ausscheidungen sind feine Phasen oder Cluster, die sich während der Warmauslagerung bilden und eine Größe von 1-10 nm aufweisen. Während der Alterung können sich unterschiedliche Arten von Ausscheidungen bilden: metastabile Ausscheidungen und Gleichgewichtsausscheidungen.

In Al-Legierungen stehen häufig als Vorläufer metastabiler Phasen die sogenannten Guinier-Preston-Zonen (GP-Zonen) am Anfang einer Ausscheidungssequenz. GP-Zonen (vgl. Abb. 2-2) sind sehr kleine, vollständig kohärente Cluster löslicher Elemente, die isomorph mit der Matrix sind. Mit weiterer Entwicklung der Mikrostruktur treten stabilere Phasen an die Stelle der GP-Zonen. Intermetallische Phasen oder konstitutionelle Phasen weisen eine andere Kristallstruktur als die Matrix auf. Die Bildung von GP-Zonen ist bedingt durch eine niedrigere Grenzflächenenergie zur Matrix gegenüber den intermetallischen und den konstitutionellen Phasen energetisch günstiger und findet daher bevorzugt statt [Got07, Sat00, Rin00].

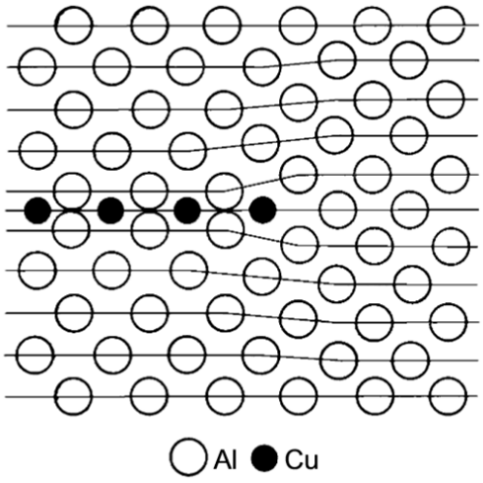


Abb. 2-2: Schematische Darstellung eines Schnitts durch eine GP-Zone in Al-Cu [Got07]

Den ersten Hinweis auf diese metastabilen Phasen haben Guinier [Gui39] und Preston [Pre38] erbracht, die durch XRD-Untersuchungen an bei Raumtemperatur gealterten Al-Cu-Legierungen das Auftreten von Intensitätsstreifen, die die Bragg-Peaks in Richtung der kubischen Achsen des reziproken Gitters schneiden, beschrieben und seitdem für dieses Phänomen der bekannte Term „GP-Zone“ eingeführt war. Untersuchungen am hochauflösenden Transmissionselektronenmikroskop (HRTEM) [Mat85a, Mat85b, Sat00] bestätigten die Existenz dieser Zonen und zeigen, dass es sich um eine Cu-reiche Ebene handelt, die von einer Al-reichen Matrix umgeben und um die 2-10 nm lang sind. Der genaue Aufbau dieser Zonen ist immer noch unklar [Gao02, Wan05].

Metastabile Ausscheidungen keimen entweder homogen oder heterogen vorwiegend an Leerstellenclustern bzw. GP-Zonen und seltener an Versetzungen der Matrix. Die Gleichgewichtsphase bildet sich auf Kosten der metastabilen Ausscheidungen. Sie können unmittelbar durch die Keimbildung an Versetzungen und an Grenzflächen wie z. B. Korngrenzen entstehen. Mit zunehmender Größe der Gleichgewichtsausscheidungen müssen mehr Fehlpassungs-Versetzungen an bestimmten Phasengrenzen gebildet werden, um ein gewisses Maß an Kohärenz aufrecht zu erhalten [Sta96]. Eine häufige Ausscheidungssequenz in Al-Cu-Legierungen ist z. B. [Lai66, Mee89, Pol06, Wan05]:

GP-Zonen → θ‘‘ → θ‘ → θ

2.2.2 Mechanismus der Ausscheidungshärtung

Die meisten modernen hochfesten Leichtmetalllegierungen erhalten ihre Festigkeit durch Teilchen-/Ausscheidungshärtung [Sat00]. Voraussetzung für die Ausscheidungshärtung ist das Vorhandensein mindestens eines Legierungsbestandteils, dessen Löslichkeit im Mischkristall mit sinkender Temperatur abnimmt (vgl. Abb. 2-3). Ein Beispiel ist hierfür das Al-Cu-System. Die Aushärtung umfasst drei Schritte: Lösungsglühen, Abschrecken und Auslagern (vgl. [Kam09]), die schematisch im rechten Teil der Abb. 2-3 dargestellt sind. Nach der Lösungsglühung wird aus dem Einphasengebiet abgeschreckt, so dass sich bei einer anschließenden Auslagerung metastabile Phasen bilden [Got07].

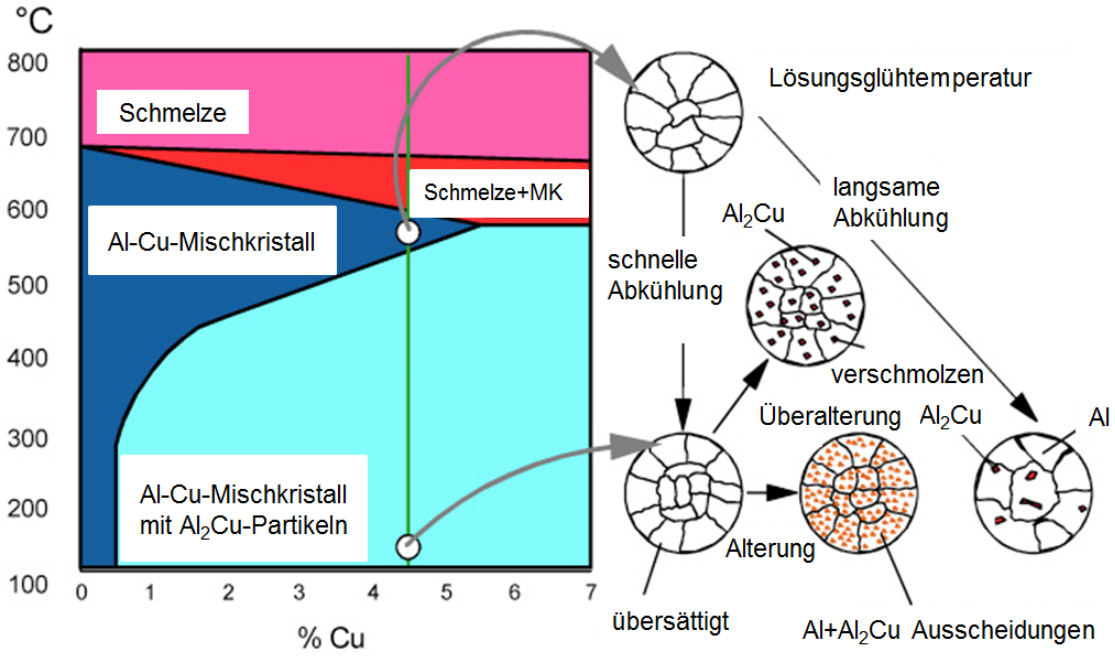


Abb. 2-3: Einfluss der Abkühlungsgeschwindigkeit auf die ausgebildete Mikrostruktur. Schematische Darstellung des Aushärtungsprozesses (nach [Tal99])

Für einen hohen nutzbaren Festigkeitsanstieg müssen die Teilchen jedoch weitere Forderungen erfüllen:

- eine hohe Dichte an Ausscheidungen, um viele Versetzungen beim Gleiten zu blockieren [Kam09]

- eine homogene Verteilung der feinen platten-, latten- oder stabförmigen Ausscheidungen (um überall wirksam die Versetzungsgleitung zu behindern), [Kam09, Nie01, Wan05]
- einen Teilchendurchmesser > d_{krit}: die Teilchen können je nach Größe entweder von Versetzungen geschnitten werden (Schneidemechanismus, vgl. Abb. 2-4 a)) oder unter Hinterlassung eines Versetzungsrings umgangen werden (sog. Orowan-Mechanismus). Zu beidem ist eine zusätzliche Kraft erforderlich, wodurch die Verfestigung bewirkt wird. Abb. 2-5 zeigt schematisch den Zusammenhang zwischen dem zusätzlich aufzubringenden Spannungsbetrag, der zum Überwinden des Teilchens erforderlich ist, und dem Teilchendurchmesser [Kam09]. Die groben Gleichgewichtsphasen (> 1 µm) haben hingegen kaum einen direkten Effekt auf die Festigkeit [Got07, Nie01, Wan05] und wirken sich vielmehr negativ auf die Bruchzähigkeit der Legierung aus [Sta96].

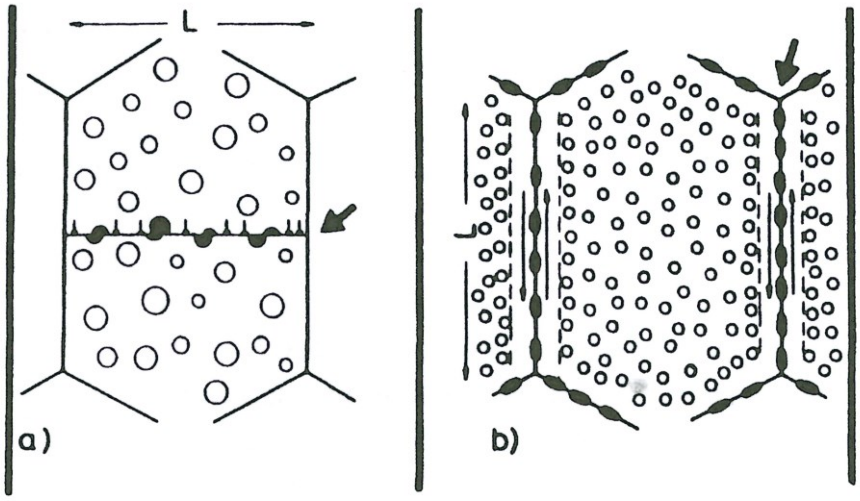
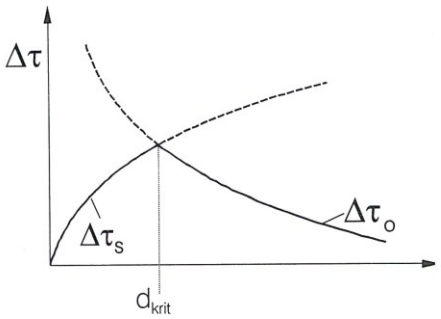


Abb. 2-4: Schematische Darstellung des lokalen Gleitens beim Schneiden von feinen Ausscheidungen (a); der Spannungsüberhöhungen an den Korngrenzen-Tripelpunkten aufgrund der Anwesenheit von PFZ [Pol06]

Einhergehend mit der Bildung von metastabilen Ausscheidungen bei der Ausscheidungshärtung ist in einigen Legierungen die Entwicklung von breiten, partikelfreien Zonen (PFZ), (vgl. Abb. 2-4 b)) an den Korngrenzen. Im Vergleich zur ausgehärteten Matrix sind die PFZ relativ weich und können sich bevorzugt verformen, was zu hohen

Spannungskonzentrationen an den Tripelpunkten führt und ein verfrühtes Versagen an den Korngrenzen herbeiführen kann [Pol06].



Abhängigkeit des zusätzlich aufzubringenden Spannungsbetrages $\Delta\tau$ vom Teilchendurchmesser d
Es bedeuten
$\Delta\tau_s$ – Spannungsbetrag für Schneidemechanismus
$\Delta\tau_o$ – Spannungsbetrag für Orowan-Mechanismus
d_{krit} – kritischer Teilchendurchmesser

Abb. 2-5: Schematische Darstellung des aufzubringenden Spannungsbetrages über den Teilchendurchmesser [Kam09]

- eine möglichst kohärente oder teilkohärente Grenzfläche: neben der Größe der Teilchen ist auch die Art der Phasengrenze zur Matrix von Bedeutung. Hierbei wird zwischen kohärenten, teilkohärenten und inkohärenten Grenzflächen unterschieden (vgl. Abb. 2-6). Abhängig davon, ob die Anpassung zur Matrix vollständig, teilweise oder gar nicht möglich ist, wird eine unterschiedlich starke Verspannung im Gitter herbeigeführt. Kohärente Ausscheidungen verursachen die größten Gitterverspannungen und bewirken daher einen starken Anstieg der Festigkeit [Got07, Kam09, Nie01, Pol89, Sta96].

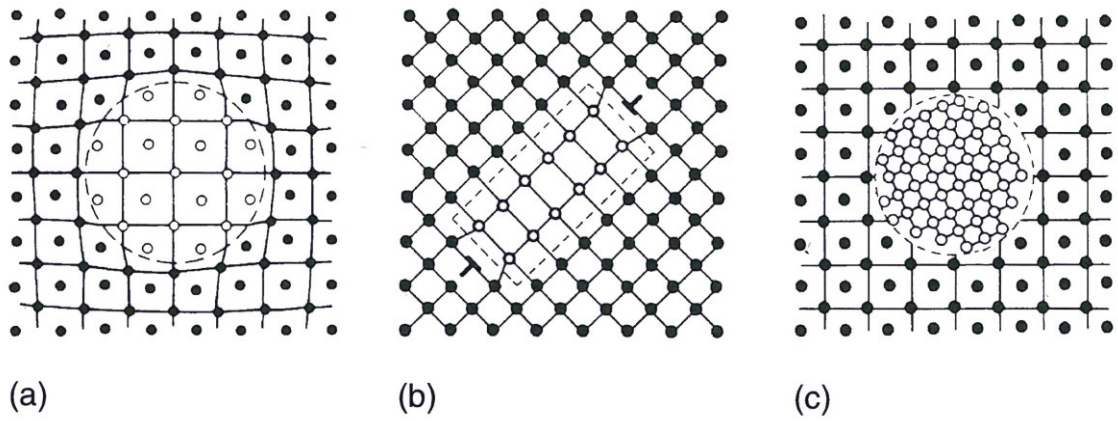


Abb. 2-6: Struktur von Phasengrenzflächen (a) kohärent, (b) teilkohärent, (c) inkohärent [Got07]

Die gewünschte homogene Verteilung und Größe der Ausscheidungen wird durch die Warmauslagerungstemperatur und -dauer kontrolliert (sowie teilweise durch den Grad der plastischen Kaltverformung vor der Warmauslagerung) [Sta96]. Man unterscheidet zwischen drei Auslagerungszuständen: dem unteralterten Zustand, dem der maximalen Aushärtung (peak-aged) und dem überalterten Zustand [Kam09], vgl. Abb. 2-7.

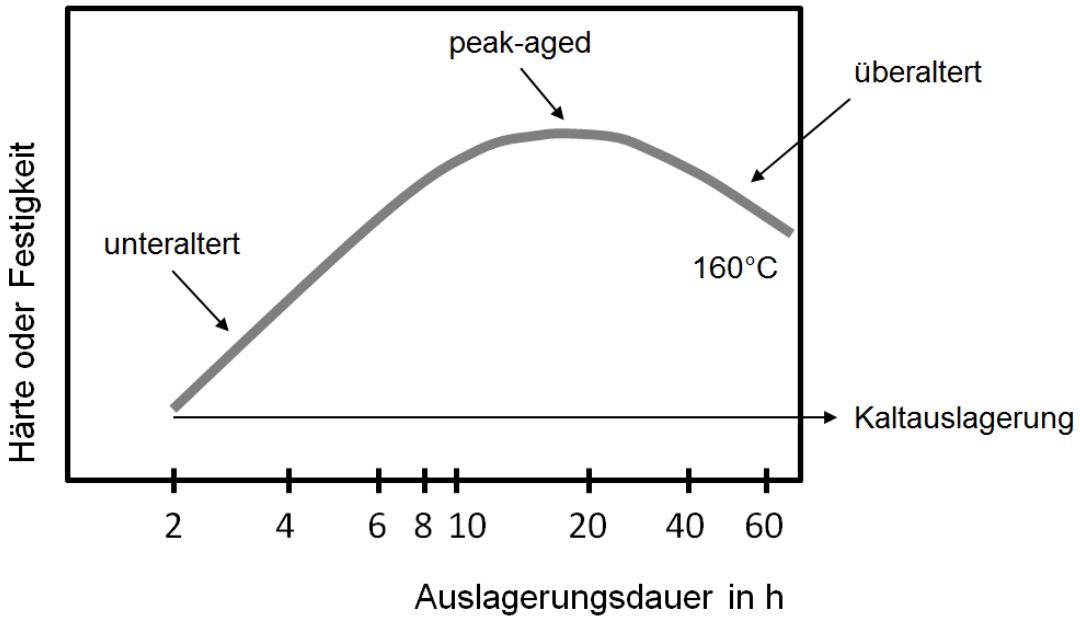


Abb. 2-7: Schematische Darstellung der drei Auslagerungszustände unteraltert, peak-aged und überaltert (nach [Tal99])

2.3 Al-Cu-Li-X-Legierungen

Al-Cu-Li-X-Legierungen sind Untersuchungsgegenstand der vorliegenden Arbeit. Sie zeichnen sich durch eine gute Kombination von Eigenschaften wie eine hohe Festigkeit, ein geringes Gewicht und eine gute Schadenstoleranz aus, womit sie gute Voraussetzungen für die Anwendung in der Luftfahrt aufweisen [Pol06, Rio98, Sta96, War06]. Dieser Legierungstyp ist verbunden mit einem komplexen Ausscheidungssystem, das sehr stark auf thermomechanischen Behandlungen beruht [Har55]. Im nachstehenden Kapitel 2.3.1 werden Einfluss und Wirkung typischer Legierungselemente in Al-Cu-Li-X-Legierungen genauer beleuchtet.

2.3.1 Einfluss und Wirkung typischer Legierungselemente

2.3.1.1 Einfluss Kupfer (Cu)

Cu wirkt in Al-Li-X-Legierungen mischkristall- und ausscheidungsverfestigend [Rio12]. Dies ist auf die Bildung von festigkeitssteigernden Phasen[1] wie Al_2CuLi (T_1) und Al_2Cu (θ') zurückzuführen [Giu07]. Araullo-Peters et al. [Ara14] haben an AA2198 (siehe Tabelle A-1) das Ausscheidungsverhalten mit fortschreitender Alterung untersucht. Im frühen Stadium der Alterung lagern sich Ko-Ausscheidungen von Cu und Mg sowie die T_1-Phase an Versetzungen an. T_1 bildet sich des Weiteren auch an den Subkorngrenzen aus. Mit fortschreitender Alterung entwickeln sich aus den Ko-Ausscheidungen von Cu und Mg Ausscheidungen der Al_2CuMg-Phase (S-Phase). Erst in späteren Ausscheidungsstadien entstehen wegen der verbleibenden Cu-Übersättigung lange, dünne GP-Zonen und Plättchen der θ'-Phase. Unabhängig vom Stadium der Alterung haben Araullo-Peters et al. Anlagerungen der Elemente Mg und Ag an den Grenzflächen zwischen der Matrix und den T_1-Plättchen beobachtet. Die gelösten Cu-, Li- und Mg-Anteile werden zusammen in Ausscheidungen der T_1-Phase eingebaut. In der Umgebung dieser Ausscheidungen werden Cu-Verarmungen im Mischkristall beobachtet, die auf eine Übersättigung an Cu in den Ausscheidungen hindeuten [Ara14]. Das Wachstum der T_1-Phasen wird durch die Diffusion der gelösten Cu-Atome entlang der Versetzungen kontrolliert und ist unabhängig davon, ob die Legierung Mg und/oder Ag enthält [Hua98].

Cu reduziert die Löslichkeit von Lithium (Li), so dass die Ausscheidung der Al_3Li (δ')-Phase begünstigt wird [Pol06].

Bei Anwesenheit von Cu bildet Eisen (Fe) eine unlösliche Gleichgewichtsphase mit der Stöchiometrie Al_7Cu_2Fe. Der Anteil dieser Phase sollte volumenmäßig so gering wie möglich gehalten werden, da sie die Bruchzähigkeit und Ermüdung der Legierung nachteilig beeinflusst.

[1] In Kapitel 2.3.2 sind alle typischen Phasen in Al-Li-X-Legierungen mit Angaben zu Gitterparametern und den wesentlichen Merkmalen in einer Übersicht zusammengestellt

2.3.1.2 Einfluss Magnesium (Mg)

In Al-Cu-Li-X-Legierungen wird Mg aufgrund seiner festigkeitssteigernden Eigenschaften hinzulegiert [Gum14, Zho14] und trägt mit einer Dichte von 1,738 g/cm³ zur Dichtereduzierung der Legierung bei [Kai00, Rio12]. Obwohl Mg in diesem Legierungssystem keine eigenen Ausscheidungen bildet, geht man davon aus, dass sich Mg an die T_1-Phase anlagert [Hua98] und dort durch Substitution von Li einen festigkeitssteigernden Beitrag liefert [Bro12a, Bro12b, Giu07, Giu08]. Durch die Zugabe von Mg wird des Weiteren eine gleichmäßige Verteilung der T_1-Phase in der Matrix herbeigeführt [Hua89]. In einer Mg-haltigen Al-Cu-Li-Legierung wird gegenüber einer Mg-freien (im lösungsgeglühten Zustand vor der Warmauslagerung) eine erhöhte Dichte an Versetzungsringen in der Mikrostruktur beobachtet. Dies begünstigt ein vermehrtes Ausscheiden der T_1-Phase, da sich diese mit zunehmender Auslagerung insbesondere an den Versetzungen und Subkorngrenzen anlagert [Cas91a, Gil97, Hua98].

Eine große Anzahl vorangegangener Studien [Che13, Hir97, Hua98, Ito95, Zho14] hat gezeigt, dass die Zugabe von Mg in eine Al-Cu-Li-Legierung die Aushärtung beschleunigt. Durch die Bildung von Mg-Cu-Leerstellen-Clustern verringert sich die Aktivierungsenergie für die Keimbildung der GP-Zonen und führt somit zu einer erhöhten Dichte an Keimbildungsorten. GP-Zonen fungieren als Keimbilder der T_1-Phase und fördern damit die Ausscheidung der festigkeitssteigernden Phase. Hirosawa et al. [Hir97] fanden heraus, dass sich durch das Legieren von Mg im Gegenzug die Wachstumsgeschwindigkeit der GP-Zonen und δ‘-Phasen verringert, wie es durch die höhere Aktivierungsenergie in Mg-haltigen Legierungen gezeigt wird. Aufgrund der bevorzugten Leerstellenbesetzung durch die Mg-Atome nimmt die Anzahl an freien Leerstellen für die Cu- und Li-Diffusion ab. In Mg-freien Legierungen nimmt sowohl der Volumenanteil an Ausscheidungsphasen als auch die Härte deutlich langsamer zu und es scheidet sich die θ‘-Phase aus [Gum14].

Nach dem Stand der Kenntnisse ist noch unklar, wie sich eine Erhöhung des Mg-Gehalts (> 1 Gew.%) auf das Ausscheidungsverhalten auswirkt und ob

hierdurch eine positive Wirkung hinsichtlich einer Festigkeitssteigerung herbeigeführt werden kann.

In Legierungen, die durch die Ausscheidung der δ‘-Phase verfestigt werden, ist kein großer Einfluss von Mg zu erwarten, da die Wirkungsweise von Mg durch hohe Li-Gehalte behindert wird [Gil97]. Untersuchungen von Chen et al. [Che00] an Al-Li-Mg-Si-Legierungen zeigen, dass die Erhöhung des Mg-Gehalts bis zu einem bestimmten Gehalt die Ausscheidung der Mg_2Si-Phase fördert. Zusammengefasst sind in Al-Cu-Mg-Li-Legierungen die beiden Hauptausscheidungssequenzen, wobei α_{SS} der übersättigte Mischkristall ist [Sta99a, Sta99b]:

(1) $\alpha_{SS} \rightarrow$ δ‘ (Al_3Li) $\rightarrow$ δ (Al_3Li)

(2) $\alpha_{SS} \rightarrow$ Cluster $\rightarrow$ GP-Zonen $\rightarrow$ S‘/S (Al_2CuMg)

Das Verhältnis von Cu/Mg bestimmt die Art und die Anteile der vorliegenden festigkeitssteigernden Phasen [Wan05]. Bei einem geringen Cu/Mg-Verhältnis und einem hohen Li-Anteil sind die Hauptphasen δ‘, β‘, S‘ und T_1 [Bou98, Flo87]. Der Volumenanteil der S‘-Phase ist deutlich höher als der der T_1-Ausscheidungen. Weist die Legierung einen geringen Li-Gehalt auf und hat ein hohes Cu/Mg-Verhältnis, begünstigt dies die Ausscheidung der ~Al_2Cu (Ω)-Phase (Näheres siehe Kapitel 2.3.2.2), so dass Ω/ T_1-Ausscheidungen in einem ähnlichen Volumenanteil wie die S‘-Phase vorliegen. Außerdem wird ein ungewöhnliches Wachstum der alleinigen δ‘-Phasen sowie der δ‘/β‘-Ausscheidungen beobachtet [Bou98].

2.3.1.3 Einfluss Lithium (Li)

Li ist das leichteste metallische Element im Periodensystem und trägt mit einer Dichte von 0,53 g/cm³ deutlich zur Dichtereduzierung der gesamten Legierung bei [Cha94, Pol06, Rio12, Sri88]. Des Weiteren verbessert sich durch die Zugabe von Li die Festigkeit [Giu07] und der E-Modul von Al-Cu-Legierungen [Giu07, Pol06, Sri88]. Li-haltige Legierungen sind gegenüber Li-freien Legierungen allerdings weniger duktil [Kha14].

Die Zugabe von hohen Li-Gehalten (z. B. 1,33 Gew.%) in Al-Cu-Mg-Ag-Legierungen fördert die Bildung von feinen Ausscheidungen der sphärischen δ‘-

Phase [Pol06, Wei96, Wil75] zusammen mit denen der T_1-Phase [Her93, Pol89]. Rioja et al. [Rio12] berichten allerdings, dass die Li-Konzentration unter 2 Gew.% gehalten werden sollte, da ansonsten die treibende Kraft zur heterogenen Keimbildung an den Korngrenzen zu groß wird, was sich negativ auf die Bruchzähigkeit des Werkstoffs auswirkt. Bei einem Li-Gehalt zwischen 1,0 und 1,3 Gew.% beruht die hohe Festigkeit der Legierung auf der geförderten Keimbildung der fein verteilten T_1-Ausscheidungen, die im peak-aged-Zustand zusammen mit S (S‘) und θ‘ vorliegen [Pol06]. Jede dieser Phasen besitzt verschiedene Habitusebenen in der Matrix. Die Folge ist eine zunehmende Beständigkeit der Matrix gegenüber einer inhomogenen Scherung von Versetzungen. Die Ko-Existenz von drei solcher Ausscheidungen in einer Legierung mag einzigartig sein und scheint zu begründen, weshalb den Al-Li-Cu-Mg-X-Legierungen hohe Level an Festigkeiten durch Ausscheidungshärtung zugesprochen werden [Pol89]. In Li-armen Al-Cu-Li-Legierungen hingegen (wie z.B. der AA2198 mit 0,8-1,1 Gew.% Li werden keine einzelnen δ‘-Phasen beobachtet [Dec13b]. Zugaben von 0,13 Gew.% oder 0,5 Gew.% Li in Al-Cu-Mg-Ag-Legierungen reduzieren die Ausscheidungsdichte der Ω-Platten. Außerdem sind im Vergleich zu Li-freien Legierungen die θ‘-Phasen feiner verteilt und es werden einige Latten der intermetallischen S‘-Phase beobachtet [Pol89].

Wird Li in Si-haltige Legierungen zugegeben, scheidet sich die metastabile δ‘-Phase dominant aus. Des Weiteren bilden sich AlLiSi- und Mg_2Si-Phasen [Che00].

Das Li/Cu-Verhältnis kann eine signifikant treibende Kraft für die Bildung von T_1-, δ‘ und/oder θ‘-Ausscheidungen kennzeichnen [Gab01, Kar12]. Bei einem geringen Li/Cu-Verhältnis, wie Untersuchungen an der Weldalite 049 (mit Li/Cu-Verhältnis = 0,17-0,27) [Pic89] und der AA2060 (mit Li/Cu-Verhältnis = 0,18-0,26) [Kar12] zeigen, scheidet sich ausschließlich die T_1-Phase aus. Bei einem höheren Li/Cu-Verhältnis von 0,48-0,78 (AA 2199) sind δ‘, T_1, und (etwas) θ‘ die Hauptausscheidungsphasen [Kar12]. Darüber hinaus haben Noble und Thompson [Nob72] herausgefunden, dass sich bei einer Legierung mit einem Li/Cu-Verhältnis = 0,43 die T_1-Phase homogen an den Korngrenzen und der

Matrix ausscheidet und sich bei einem höheren Li/Cu-Verhältnis von 0,8 T_1 nur entlang der Korngrenzen bildet. Bei einem Li/Cu-Verhältnis = 0,42-0,84 (AA2196) gegenüber Li/Cu = 0,22-0,38 (AA2198) (siehe Tabelle A-1) ist die Inkubationszeit bis zur Keimbildung der T_1-Ausscheidungen deutlich länger, da die Ausscheidungen der T_1-Phase mit der schnellen Keimbildung der δ‘-Partikel konkurrieren [Dec13b, Des12].

Stöchiometrisch betrachtet, muss für die T_1-Phase (Al_2CuLi) das Li/Cu-Verhältnis > 1 sein, um die gleichzeitige Ausscheidung mit θ‘ (Al_2Cu) zu kontrollieren [Gab01]. Untersuchungen von Silcock [Sil60] bestätigen das dominante Ausscheiden der T_1-Phase bei einem Li/Cu-Verhältnis > 1 und das vermehrte Vorkommen der θ‘-Phase in Legierungen mit einem Li/Cu-Verhältnis < 1.

Mit zunehmender Warmauslagerungstemperatur bis auf 155 °C bildet sich die T_1-Phase, wobei sich bei einem Li/Cu-Verhältnis = 0,3 zuvor entstandene Cluster auflösen und bei Li/Cu = 0,6 die δ‘-Ausscheidungen vergröbern [Dec11].

Abb. 2-8 zeigt die Auftragung der Löslichkeitsgrenze bei 500 °C in Abhängigkeit des Cu- und Li-Gehalts [Har55]. Ein Li/Cu-Verhältnis unterhalb oder entlang der Linie gewährleistet, dass beide Elemente in Lösung gebracht werden können. Wird die Löslichkeitsgrenze durch einen zu hohen Gehalt eines jeweiligen Elements überschritten, geht dieses nicht in Lösung und bildet unlösliche Phasen. Ein zu hoher Cu-Gehalt kann z. B. zur Bildung der unlöslichen Al_7Cu_2Fe- oder $Al_{43}Cu_{10}Zr_{11}$-Phase führen. Als Referenzlegierung für die weitere Arbeit gilt die in rot hervorgehobene Legierung (XL10).

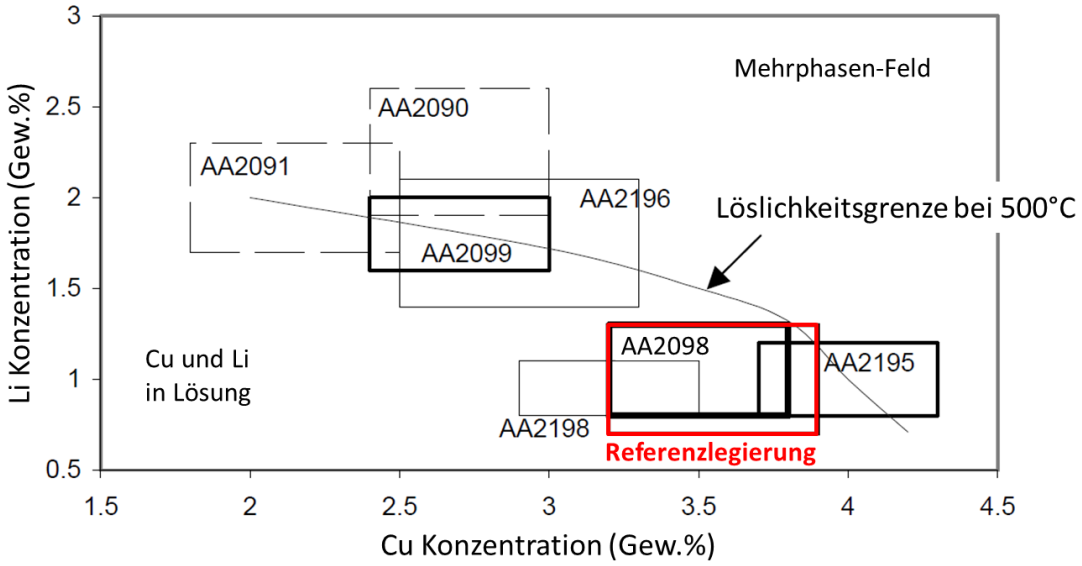


Abb. 2-8: Darstellung der Löslichkeitsgrenze bei 500 °C in Abhängigkeit von den Cu- und Li-Gehalten unterschiedlicher Al-Cu-Li-Legierungen (modifiziert nach [War06])

Silcock [Sil60] berichtet, dass die Kombinationen von 4-5 Gew.% Cu-Gehalt mit 0-0,25 Gew.% Li-Gehalt bzw. 4,0 Gew.% Cu, gepaart mit 0,8-1,0 Gew.% Li, die Zunahme der Dehngrenze begünstigen. Warner [War06] bestätigt dies und veranschaulicht: Je kleiner der Cu-Gehalt und je größer der Li-Gehalt, desto mehr reduziert sich die Dichte der Legierung. Ein steigender Li-Gehalt wirkt sich genau wie ein wachsender Cu-Gehalt positiv auf die Festigkeit aus. Hohe Cu-Gehalte begünstigen des Weiteren die thermische Stabilität der Legierung, wohingegen dafür der Li-Gehalt nicht zu hoch sein sollte. Die Zähigkeit verringert sich mit zunehmendem Li-Gehalt (vgl. Abb. 2-9).

Nach der Zusammenstellung von Untersuchungsergebnissen zu unterschiedlichen Li/Cu-Verhältnissen hat sich herauskristallisiert, dass sich ein geringes Li/Cu-Verhältnis (0,17-0,27, [Pic89] oder 0,18-0,26, [Kar12]) als vorteilhaft für das dominante bzw. ausschließliche Ausscheiden der T_1-Phase erweist. Es ist jedoch nicht geklärt, ob bei einem angenommenen Li-Gehalt von 1,0 Gew.% und 4,0 Gew.% die maximale Festigkeit erreicht worden ist oder ob durch eine weitere Erhöhung des Cu-Gehalts eine Festigkeitssteigerung herbeigeführt werden kann.

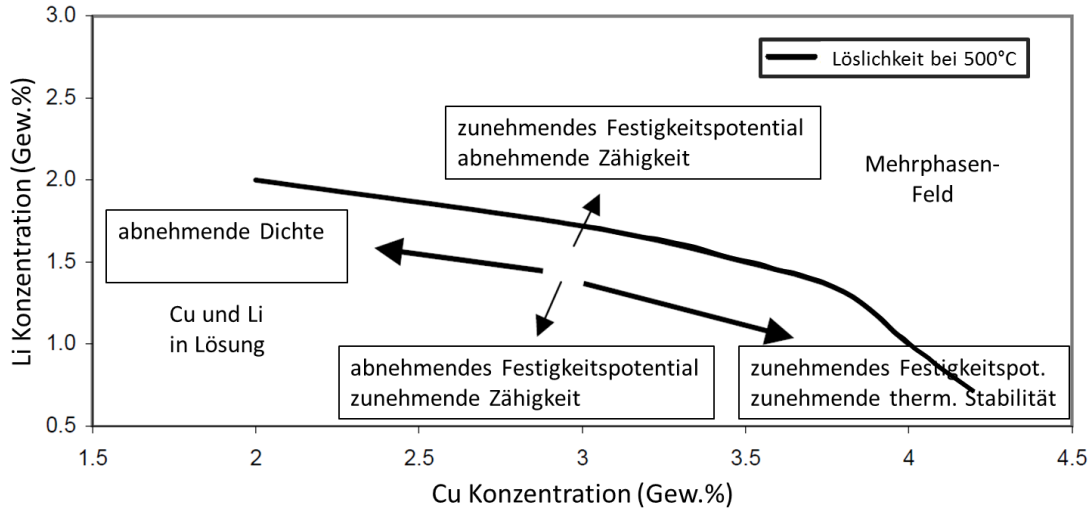


Abb. 2-9: Schematische Darstellung einiger Eigenschaften als Funktion des Cu- und Li-Gehalts in Al-Cu-Legierungen (modifiziert nach [War06])

2.3.1.4 Einfluss Silber (Ag)

Warner [War06] beschreibt an Legierungen der Familie Weldalite (z.B. AA2196, AA2050; siehe Tabelle A-1), dass die Zugabe von Ag die Festigkeitszunahme während der Alterung signifikant begünstigt. Es ist bekannt, dass Ag die Bildung der T_1-Phase fördert [Hua98] und sich positiv auf die Mischkristall- und Ausscheidungshärtung auswirkt [Rio12].

Vorangegangene Studien [Hua98, Ito95, Pic89] zeigen, dass die alleinige Zugabe von Ag einen eher geringen Einfluss auf die Beschleunigung der Alterungsantwort bei Al-Cu-Li-Zr-Legierungen hat und sich hauptsächlich zusammen mit Mg auswirkt. Die kombinierte Zugabe von Mg und Ag fördert die Ausscheidungsbildung der T_1-Phase [Hua98], woraus erhebliche Festigkeitszunahmen resultieren [Rin95, Zho14]. Im Anfangsstadium der Alterung bilden sich Mg-Cu- und Ag-Li-Leerstellen-Cluster. Mit zunehmender Alterung sammeln sich aufgrund der starken Wechselwirkungen Li- und Cu-Atome um die Cluster aus Mg-Cu- und Ag-Li-Leerstellen an. Die Existenz von Mg-Cu- und Ag-Li-Leerstellen- [Zho14] sowie Ag-Mg-Clustern führt zu einer Abnahme der Aktivierungsenergie für die Keimbildung und erhöht die Anzahl der Keimbildungsorte für GP-Zonen, was zugleich mit einer Erhöhung der Keimbildungsenergie für die T_1-Phase einhergeht. Somit kann sich die stabile

ternäre T_1-Phase in kürzester Zeit bilden [Hua98, Khan08]. Die T_1-Phase scheidet an der Grenzfläche zwischen den θ‘-Phasen und der Matrix aus [Mur01]. Mg und Ag lagern sich an der Grenzfläche der T_1-Phase und der Matrix an [Rin00].

Honma et al. [Hon04] und Murayama et al. [Mur01] hingegen beschreiben, dass sich in Al-Li-Legierungen keine Ag-Mg-Cluster bilden und die T_1-Phase einen anderen Bildungsmechanismus als die Ω-Phase in Al-Cu-Mg-Ag-Legierungen hat.

Khan und Robinson [Khan08] haben die Ausscheidung der T_1-Phase als Funktion des Li/Cu-Verhältnisses der Legierung untersucht. Die beschriebene Wirkung von Ag auf die Ausscheidung der GP-Zonen und die daraus folgende Förderung der T_1-Phasen ist nur in Legierungen mit einem hohen Li/Cu-Verhältnis (> 0,5) gegeben. In Legierungen mit einem kleinen Li/Cu-Verhältnis (0,24-0,28) ist der Ag-Effekt aufgrund der Cu-Übersättigung in der Matrix verdeckt, die eine größere treibende Kraft für die Keimbildung der GP Zonen/ θ‘ vorsieht. Wenn in Legierungen mit einem kleinen Li/Cu-Verhältnis (<0,28) die Wirkung von Ag aufgrund der Cu-Übersättigung in der Matrix verdeckt ist, verbleibt die Frage, ob durch die Erhöhung des Cu-Gehalts, d. h. mit einem Li/Cu-Verhältnis ≤ 0,28 dieselbe festigkeitssteigernde Wirkung erzielt werden kann, wie sie mit dem deutlich teureren Legierungselement Ag hervorgerufen wird.

Die Zugabe von bis zu 0,5 Gew.% Ag verringert die Größe der δ‘- und T_1-Phasen und führt zu einer kleinen Zunahme der Li-Löslichkeit in der Matrix [Bou98, Hua98]. In Legierungen mit einem geringen Li-Gehalt und einem hohen Cu/Mg-Verhältnis scheidet sich durch die Zugabe von 0,2 Gew.% Ag neben den Phasen δ‘, β‘, S‘ und T_1 auch noch die Ω-Phase aus. Aufgrund einer geringen Li-Konzentration wachsen die δ‘/β‘-Ausscheidungen auf Kosten der (alleinigen) δ‘-Phasen heran [Bou98].

Khan und Robinson [Khan08] begründen die anfängliche Alterungsantwort in Ag-haltigen Al-Li-Legierungen mit der Bildung von δ‘, GP Zonen, θ‘ und T_1-Ausscheidungen, das spätere Stadium der Aushärtung mit δ‘, T_1 und kleinen Gehalten der θ‘ und S‘-Phase. In Ag-freien Legierungen hingegen führen sie die

Aushärtung im frühen Stadium nur auf Ausscheidungen der δ‘-Phase und zu einem späteren Zeitpunkt auf T_1 und S zurück.

Untersuchungen von Istomin-Kastrovskii et al. [Ist10] zeigen, dass sich durch Zugabe von Ag und Zr in Al-Cu-Li-Mg-Legierungen Al-Zr- und Al-Ag-Cluster bilden, auf denen strukturelle Bestandteile in den folgenden Sequenzen anwachsen:

(Zr_xAl_y und Ag_yAl_y) Cluster → T_1-Phase $(Al_2CuLi)_{111\alpha}$ → δ‘-Phase (AlLi).

2.3.1.5 Einfluss Silizium (Si)

In Al-Legierungen können sich während des Gießprozesses Si-, Fe-, Cu- und/oder Mg-reiche Gleichgewichtsphasen bilden, die die Bruchzähigkeit dramatisch reduzieren [Vas89]. Um die Volumenanteile dieser Phasen so klein wie möglich zu halten, werden die Fe- und Si-Gehalte in Al-Legierungen minimal eingestellt. Typische Maximalgehalte für Fe und Si sind 0,2 und 0,1 Gew.% [Lew87].

In (Li-freien) Al-Mg-Si-Legierungen leisten β‘‘ (Mg_2Si)-Zonen bzw. die Mg_2Si-Phasen den wesentlichen Beitrag zur Festigkeit der Legierung. Untersuchungen an einer Al-Mg-Si-Legierung (0,5 Gew.% Mg und 0,2 Gew.% Si) haben gezeigt, dass es durch die Zugabe von 1 Gew.% Li zur verzögerten Bildung von GP-Zonen kommt. Folglich löst sich der gesamte Si-Anteil in der AlLi-Phase ebenso wie in der Matrix. Die Bildung der AlSiLi-Phase ist gegenüber der Mg_2Si-Phase begünstigt, was mit einem Härteverlust einhergeht. Erst eine weitere Erhöhung des Li-Gehalts (auf > 2 Gew.%) bringt durch die Ausscheidung der Al_3Li- und der AlSiLi-Phase eine Zunahme in der Festigkeit [Hua91, uDi14]. Nach heutigem Kenntnisstand reicht der Umfang an bisherigen mikrostrukturellen Untersuchungen jedoch nicht aus, um die beschriebenen mechanischen Eigenschaften erklären zu können. TEM-Untersuchungen sind erforderlich, um den Typ, die Größe und die Verteilung der verschiedenen Phasen im nanomikroskopischen Maßstab zu bestimmen. Des Weiteren wurde nicht untersucht, wie sich eine weitere Erhöhung des Si-Gehalts (auf > 0,2 Gew.% Si) auf die Festigkeit in Al-Li-Legierungen auswirkt.

Tritt Si zusammen mit Fe als Verunreinigung in Mn-haltigen Al-Cu-Li-Legierungen auf, bilden sich hohe Volumenanteile grober (1-10 µm) intermetallischer $Al_{12}(FeMn_3)Si$-Partikel. Der dadurch gebundene Mn-Anteil steht dann nicht mehr für die Bildung von kornfeinenden Dispersoiden (Al_6Mn) zur Verfügung [Sri86].

2.3.1.6 Einfluss Mangan (Mn), Zirkon (Zr) und Titan (Ti)

Mn wird hauptsächlich (und in der Regel zusammen mit Zr, siehe unten) zur Kontrolle des Rekristallisationsverhaltens und der Textur legiert [Rio12]. Die Zugabe von Mn begünstigt die Bildung von Al_6Mn-Dispersoiden (0,2-1 µm), die eine kornfeinende Wirkung haben [Sri86, Sta81]. Des Weiteren können inkohärente $Al_{20}Cu_2Mn_3$-Dispersoide entstehen, die zur Verbesserung der Schadentoleranz („damage tolerance“) beitragen, da sie sich durch ihre kornfeinende Wirkung positiv auf die Risszähigkeit und die Ermüdungsbeständigkeit auswirken [Giu07].

Zr hat (zusammen mit Mn) die Aufgabe, das Rekristallisationsverhalten sowie die Ausbildung der Textur zu kontrollieren und damit die mechanischen Eigenschaften der Legierung zu verbessern [Gu85, Sta81, Rio12]. Durch die Zugabe von Zr bilden sich während der Homogenisierung feine Al_3Zr-Dispersoide (β‘), die das Kornwachstum und die Rekristallisation bremsen [Gao05, Giu07, Mak84, Wan05]. Als Folge der Zr-Zugabe weisen z.B. Walz- oder Schmiedeprodukte nach der Umformung ein Gefüge aus stark verformten Körnern und eine intensive Verformungstextur auf. Dies ist Ursache für anisotrope Eigenschaften im Werkstoff und führt mit einer lokalen Verformung im Gefüge zu einer geringen Zähigkeit in der kurzen Querrichtung. Die Kontrolle der Korngröße ist im Gegenzug zwingend notwendig, um den Werkstoff rissbeständig zu machen [Bla91]. Aufgrund ihrer limitierten Größe, der Kohärenz und ihrer Verteilung sind β‘-Partikel nicht für den Rissfortschritt verantwortlich [Sri88]. Die Dispersoide verbessern die mechanischen Eigenschaften, indem sie die inhomogene Verteilung von Fehlstellen durch Präsenz von schneidbaren Ausscheidungen reduzieren [Gu85]. Aufgrund der geringen Löslichkeit von Zr im Al-Gitter, der kleinen Fehlpassung und des trägen Diffusionsverhaltens von Zr sind die β‘-Phasen sehr stabil. Dies hat zur

Folge, dass die Partikel während einer thermischen und mechanischen Behandlung sehr effektiv Korn- und Subkorngrenzen pinnen [Ryu69].

Mn und Zr werden häufig kombiniert legiert, da vor allem die Kombination der beiden Legierungselemente die mechanischen Eigenschaften der Legierung verbessert [Lee07, Sta81]. Die Koexistenz der beiden Ausscheidungsfamilien Al_3Zr und $Al_xCu_yMn_z$ führt zu einer verbesserten Rekristallisationsbeständigkeit, da es bei der Erstarrung zur Bildung unterschiedlicher Mikroseigerungen kommt. Zr seigert an den Dendritenkernen und Mn üblicherweise an den Korngrenzen, was unterm Strich zu einer gleichmäßigeren Gesamtverteilung der vor der Homogenisierung in Lösung vorliegenden dispersoidbildenden Elemente führt [Gu85, Jia07]. Mit einer homogenen Verteilung der Dispersoide sinkt auch die Wahrscheinlichkeit einer partiellen Rekristallisation, die nur in Bereichen mit einer geringen Dichte an Dispersoiden auftritt [Rob01].

Cho und Bes [Cho06] berichten in ihren Untersuchungen (an AA2139; siehe Tabelle A-1), dass durch die kombinierte Zugabe von Mn und Zr alle mechanischen Eigenschaften und besonders die Bruchzähigkeit abnehmen. Verglichen mit dem alleinigen Legieren mit Mn. Tsivoulas et al. [Tsi10, Tsi14] haben (an AA2198, siehe Tabelle A-1) mit abnehmendem Zr-Gehalt und zunehmendem Mn-Gehalt eine sinkende Rekristallisationsbeständigkeit beobachtet. Begründet wird dieser Befund damit, dass der dominierende Rekristallisationsmechanismus stark vom Gehalt der Dispersoide der jeweiligen Legierung abhängt: Durch feine kohärente β‘-Dispersoide entsteht ein hoher zusätzlich aufzubringender Spannungsbetrag (für den Schneidemechanismus), wohingegen ein geringer Spannungsbetrag und eine zunehmende Dichte an Keimbildungsorten durch die Zugabe von Mn herbeigeführt wird. Al-Li-Zr-Legierungen haben daher gegenüber Al-Li-Mn-Legierungen eine erheblich größere Rekristallisationsbeständigkeit [Tsi14].

Titan (Ti) wird als Kornfeiner während der Erstarrung des Gussblockes verwendet [Rio12].

2.3.2 Typische Phasen in Al-Cu-Li-X-Legierungen

Die in der Entwicklung befindlichen Al-Li-Legierungen werden typischerweise mit Elementen wie Cu, Mg, (Zn), Ag, Zr und Mn legiert, die wie folgt ihren Beitrag leisten [Giu08, Lui10]:

- Mischkristallbildende Elemente: Li, Cu, Mg, (Zn), Ag
- Ausscheidungen: T_1 (Al_2CuLi), δ‘ (Al_3Li), Typ θ‘ (~Al_2Cu), T_2 (Al_6CuLi_3)
- Dispersoide: Al_3Zr, Al_3Sc, $Al_{20}Cu_2Mn_3$

Abb. 2-10 zeigt am Beispiel der Legierungen AA2099 und AA2199 (siehe Tabelle A-1) schematisch die Ausscheidungen und Dispersoide, die Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften nehmen:

- Festigkeit: T_1 (Al_2CuLi), δ‘ (Al_3Li), Typ θ‘ (~Al_2Cu)/ Ω
- Zähigkeit: T_1 (Al_2CuLi), T_2 (Al_6CuLi_3), β‘ (Al_3Zr), $Al_{20}Cu_2Mn_3$
- Rekristallisationshemmer: β‘ (Al_3Zr) Dispersoide
- Korngröße und Texturkontrolle: $Al_{20}Cu_2Mn_3$ Dispersoide

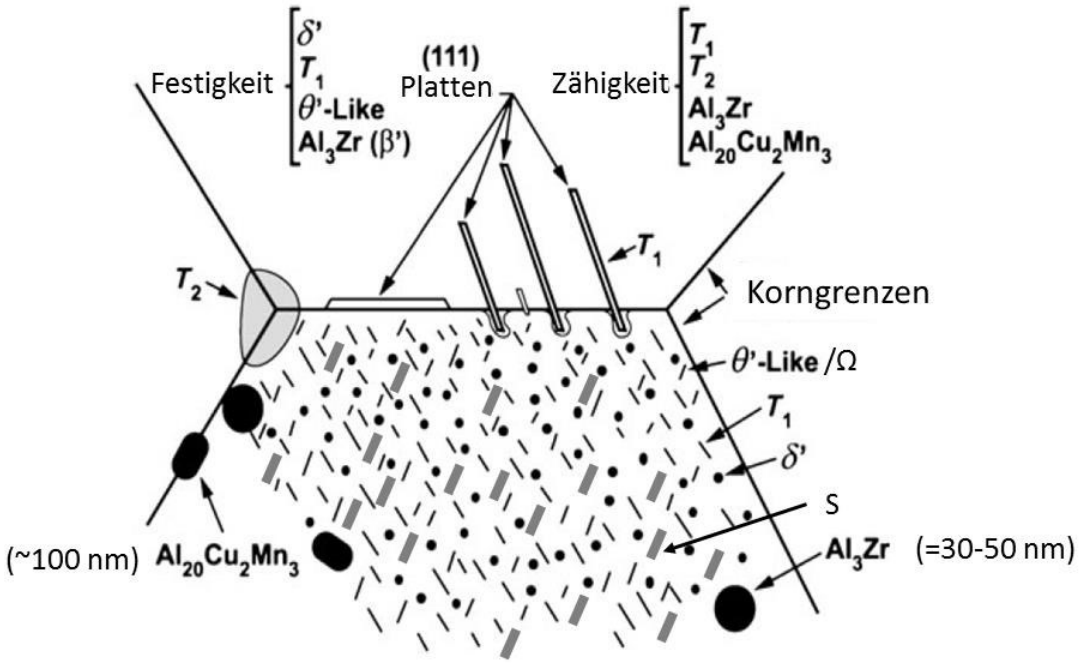


Abb. 2-10: Schematische Darstellung der Mikrostruktur (Ausscheidungen und Dispersoide) der Al-Li-Legierungen 2099 und 2199 (modifiziert nach [Giu08, Rob12])

Tabelle 2-1 stellt zusammenfassend eine Übersicht der in Al-Li-X-Legierungen auftretenden Phasen und deren wesentliche Charakteristika dar.

Tabelle 2-1: Übersicht typischer Phasen in Al-Li-X-Legierungen mit Angaben zu Gitterparametern und den wesentlichen Merkmalen. In fett hervorgehoben ist nach dem Stand der Forschung die wahrscheinlichste Struktur der jeweiligen Phasen.

Phase	Name	Gitter-parameter [nm]	Bemerkung	Quelle
Al_2CuLi	**T_1**	a = 0,496 c = 0,934	dünne, hexagonale Platten mit {111} Habitusebene; teilkohärent $(0001)_{T1}$// $(111)_{Al}$, $(11\bar{0}0)_{T1}$// $(1\bar{1}0)_{Al}$, $(11\bar{2}0)_{T1}$// $(2\bar{1}\bar{1})_{Al}$	[Gau11], [Har55], [Hua87], [Nob72], [Pol06], [Sma90]
~Al_2Cu	**Ω**	a = 0,496 b = 0,859 c = 0,848	orthorhombisch; isomorph mit T_1; bildet dünne hexagonale Platten auf {111}-Matrixebene $[100]_{\Omega}$//$[\bar{1}\bar{1}2]_{\omega}$, $[010]_{\Omega}$//$[1\bar{1}0]_{\omega}$, $[001]_{\Omega}$//$[111]_{\alpha}$	[Kno88], [Mud89], [Wan05]
	Ω	a = b = 0,496 c = 0,848	monoklin	[Aul72], [Aul86]
	Ω	a = 0,496 c = 0,701	hexagonal	[Ker84]
	Ω	a = b = 0,6066 c = 0,496	tetragonal	[Gar91]
Al_2CuMg	**S**	a = 0,400 b = 0,923 c = 0,714	orthorhombisch; inkohärente Gleichgewichtsphase, entsteht vermutlich aus S'; formt Latten auf Habitusebene $\{210\}_{\alpha}$, die entlang $<100>_{Al}$ wachsen. $[100]_{Al}$//$[100]_{S}$, $[02\bar{1}]_{Al}$//$[010]_{S}$, $[012]_{Al}$//$[001]_{S}$	[Al-K99], [Per43], [Pol06], [Wan05]
Al_2CuMg	S	a = 0,403 b= 0,930 c= 0,708	orthorhombisch	[Kil01], [Rad99]
Al_2CuMg	S	a = 0,400 b= 0,925 c= 0,718	orthorhombisch	[Mon76]
Al_2CuMg	S	a = 0,400 b= 0,461 c= 0,718	orthorhombisch	[Jin90]
Al_3Zr	**β'**	a = 0,405	$L1_2$ geordnete Phase; sphärisch; kohärent, Dispersoide: $(100)_{\beta'}$//$(100)_{Al}$, $(010)_{\beta'}$//$(010)_{Al}$, $(001)_{\beta'}$//$(001)_{Al}$	[Gu85], [Ryu69], [Sta96], [Tsi10], [Wan05]
AlLi	**δ**	a = 0,637	kubisch (NaCl-Typ), plattenförmig, Gleichgewichtsphase $(100)_{\delta}$//$(100)_{Al}$, $(011)_{\delta}$//$(\bar{1}11)_{Al}$, $(0\bar{1}1)_{\delta}$//$(1\bar{1}2)_{Al}$	[Pol06]
Al_3Li	**δ'**	a = 0,404 bis 0,401	metastabil, kohärent, geordnete Phase vom Typ $Cu_3Au(Ll_2)$, kugelförmig	[Pol06]
Al_2Cu	**θ**	a = 0,607 c = 0,487	krz; inkohärente Gleichgewichtsphase; tetragonal; plattenförmig, parallel zu $\{100\}_{\alpha}$ und Stäbchen parallel zur $<110>_{\alpha}$ Richtung	[Bra33], [Lai66], [Mee89], [Pea67], [Pol06], [Wan05]
Al_2Cu	**θ'**	a = 0,404 c = 0,580	metastabil; teilkohärente dünne Platten; mit {001} Habitusebene rechteckige oder oktagonale Platten, die sich in $\{100\}_{\alpha}$ bilden: $(100)_{\theta'}$//$(100)_{Al}$, $(010)_{Al}$//$(010)_{\theta'}$, $(001)_{Al}$//$(001)_{\theta'}$	[Gau11], [Gay84], [Mud89], [Pap81], [Pol06], [Sil53], [Wan05],
Al_2Cu	θ'	a = 0,82 c = 1,16	tetragonal; Längsachsen parallel zur $<100>_{Al}$-Orientierung	[Was35]
Al_2Cu	θ'	a = 0,57 c = 0,58	tetragonal $[100]_{\theta'}$//$[110]_{Al}$ und $[001]_{\theta'}$//$[001]_{Al}$	[Pre38]
$Al_{20}Cu_2Mn_3$	**T**	a = 2,41 b = 1,25 c = 0,78	Dispersoid; orthorhombisch; stäbchenförmig mit longitudinaler Achse [010]	[Li90], [Li92], [Wan89]
$Al_{20}Cu_2Mn_3$	T	a = 2,411 b = 1,251 c = 0,771	orthorhombisch	[Mon76]

2.3.2.1 Al_2CuLi (T_1)-Ausscheidungen

Die T_1-Phase wurde zum ersten Mal als wichtiger Bestandteil in Al-Li-Cu-Systemen von Hardy und Silcock [Har55] identifiziert, die eine hexagonale Kristallstruktur mit a = 0,497 nm und c = 0,934 beschreiben, allerdings keine Angaben zur genauen atomaren Ordnung machen. Noble und Thompson [Nob72] führten Untersuchungen am Transmissionselektronenmikroskop (TEM) an Al-Li-Cu-Legierungen durch und beobachteten das Auftreten von hexagonalen T_1-Platten auf der $\{111\}_\alpha$ Habitusebene [Fra04]. Später bestätigten Huang und Ardell [Hua87] mit ihren Untersuchungen dieselben Gitterparameter wie Hardy und Silcock und entwickelten darüber hinaus ein Modell, das den Gitteraufbau der T_1-Phase beschreibt [Cas91a]. Neben Radmilovich und Thomas [Rad87] sowie Howe et al. [How88] beschäftigten sich auch Cassada et al. [Cas91b] mit einer modifizierten Version des Modells von Huang und Ardell zur T_1-Struktur und gehen dabei von einer atomaren Anordnung dichtester Packung aus (vgl. Tabelle 2-1). Die nach dem aktuellen Stand der Forschung wahrscheinlichste Gitterstruktur der T_1-Phase ist schematisch in Abb. 2-11 dargestellt.

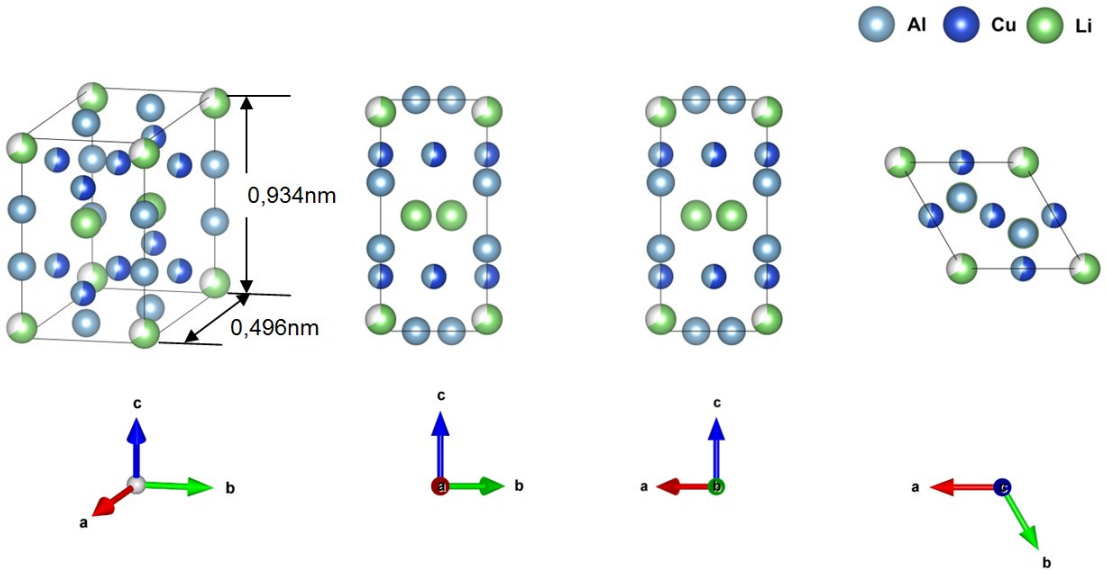


Abb. 2-11: Schematische Darstellung der Kristallstruktur der T_1-Phase, basierend auf dem Modell von Huang und Ardell [Hua87] gemäß [Sma90], erstellt mit Vesta [VES]

Legierungen vom Typ Al-Cu-Li können, bedingt durch die Verteilung von sehr feinen Ausscheidungen, wie die T_1-Phase extrem hohe Festigkeiten aufweisen

[Nob72], weshalb die T_1-Phasen auch zu den Ausscheidungen gezählt werden, die den Hauptbeitrag zur Festigkeitssteigerung liefern [Dec13b, Gab01, Giu08, Kha14, Wan98].

Die T_1-Phase scheidet sich in Form von ~2 nm dünnen [Bro12a, Cas91a] Platten aus, wobei sich die jeweiligen Platten auch kreuzen können [Cas91a]. Diese Beobachtungen haben Cassada et al. [Cas91a] bereits in einem sehr frühen Stadium der Alterung (90 min./ 190 °C) gemacht. Des Weiteren haben sie die Keimbildung und das Wachstum der T_1-Phase untersucht. In Al-Cu-Li-Legierungen wird die Ausscheidung von T_1 durch eine Kaltverformung vor der finalen Warmauslagerung begünstigt [Cas91b, Gab00, Pol06, Rin95, Sil60, War06]. Dies erfolgt wiederum auf Kosten der δ‘-Phase [Rin95]. Durch die Verformung werden Versetzungen gebildet, wodurch zahlreiche Orte für heterogene Keimbildung neuer Phasen entstehen und die Anzahl der T_1-Phasen an den Korngrenzen reduziert wird. Die Dichte an sehr feinen, gleichmäßig verteilten Ausscheidungen nimmt deutlich zu [Cas91a, Cas91b, Gab01, Giu07, Rin95], der Volumenanteil der Phasen im Korn vergrößert sich und die Größe der einzelnen festigkeitssteigernden Partikel wird reduziert, weshalb eine Kaltverformung positiven Einfluss auf die Kombination aus Festigkeitssteigerung bei hoher Zähigkeit hat [Wan98, War89]. Ohne eine vorhergehende Kaltverformung sind die Korngrenzen der bevorzugte Ausscheidungsort dieser Phase [Cso05, Gab01, Hua98], wobei zu viele Korngrenzenausscheidungen nachteilig für die Zähigkeit sein können [Giu07].

Weitere Untersuchungen zur T_1-Phase zeigen, dass ihre Keimbildung ohne ein weiteres Legierungselement (wie z.B. Mg [Hua98] und Ag) schwierig ist [Mud89, Rin95, Sil60].

Zu Beginn der Alterung (bei 155°C) bis zum Stadium maximaler Festigkeit (peak-aged) weist T_1 die konstante Dicke einer Elementarzelle (von 1,3 nm einer T_1-Lage) auf [Dec13b, Dor14c]. Die Festigkeit nimmt als Funktion des Volumenanteils proportional zu [Dor12]. Die ausgeschiedenen Phasen werden bis ins frühe Stadium der Überalterung geschert, sofern ihre Dicke wenige Nanometer beträgt [Dor14a]. Bei sehr langen Auslagerungszeiten und/oder sehr hohen Temperaturen nimmt die Dicke der T_1-Phasen kontinuierlich zu

[Dor14a], während die Streckgrenze abnimmt. Als Folge dessen wird der Umgehungsmechanismus der Ausscheidungen aktiviert und es kommt zu einem Abfall der Festigkeit [Dor14b]. Decreus et al. [Dec08] haben in früheren Untersuchungen der Legierung AA2198 (siehe Tabelle A-1), (Warmauslagerungstemperatur 155 °C, bis zu 20 h) keine Zunahme der Dicke von T_1-Ausscheidungen beobachtet, sondern nur ein Wachstum in der Länge der Platten. Zhu et al [Zhu99] weisen darauf hin, dass der festigkeitssteigernde Effekt von Ausscheidungen in der Matrix durch die Anwesenheit von zwei nicht schneidbaren plattenförmigen Ausscheidungen mit den Habitusebenen {111} und {100}, wie es z.B. auf T_1 und θ‘‘/θ‘ zutrifft, begünstigt wird. Die lokalen Verfestigungseffekte der T_1-Ausscheidungen wirken sich signifikant auf die Rissbildung und das -wachstum und damit in letzter Konsequenz auf die Duktilität des Werkstoffs aus [Kha14].

Es hat sich gezeigt, dass Volumenanteile der T_1-Phase die δ‘-Ausscheidungen beeinflussen, indem sie das verfügbare Li für die Keimbildung binden und das Wachstum der δ‘-Phase limitieren [Ash86, Rio86b].

2.3.2.2 ~Al_2Cu (Ω)-Phase

Zu den Ausscheidungen der Omega (Ω)-Phase liegen in der Literatur bereits viele Untersuchungsergebnisse von hochauflösenden TEM-Untersuchungen vor, die zu unterschiedlichen Aussagen geführt haben. Laut Auld [Aul86] weist die Ω-Phase eine monokline Gitterstruktur auf. Kerry und Scott [Ker84] bestätigten einen hexagonalen Gitteraufbau und Garg und Howe [Gar91] ein tetragonales Kristallgitter. Die vorherrschende Meinung teilt die Ansichten von Knowles und Stobbs [Kno88], deren Untersuchungen ein orthorhombisches Kristallgitter mit a = 0,496 nm, b = 0,859 nm und c = 0,848 nm gezeigt haben (vgl. Tabelle 2-1 und Abb. 2-12). Des Weiteren beschreiben sie, dass vor der Entwicklung der Gesamtzusammensetzung von näherungsweise Al_2Cu zunächst Mg_3Ag-Ausscheidungen keimen, aus denen später die Ω-Phase entsteht. Dies hat zur Folge, dass trotz guter Übereinstimmungen mit ihren Simulationen zu HRTEM-Aufnahmen, ausgehend von Ω mit der Zusammensetzung ~Al_2Cu, die exakte chemische Zusammensetzung der Ω-Phase nach wie vor unklar ist. Rioja und Liu [Rio12] ergänzen den Befund von

Knowles und Stobbs durch die Beobachtung, dass in Al-Li-Legierungen die Zugabe von Mg und Ag zur Bildung der Ω-Phase führt, die als isomorph und isostrukturell mit der Al_2CuLi (T_1)-Phase (vgl. Kapitel 2.3.2.1) gilt. Rioja und Liu beschreiben die Bildung einer Al_2(Cu-Ag)(Li-Mg)-Stöchiometrie und atomaren Anordnung, die so ähnlich ist wie die θ‘-Phase, und erklären sie damit, dass Ag-Atome die Position der Cu-Atome und die Mg-Atome die Position der Li-Atome in der T_1-Struktur substituieren.

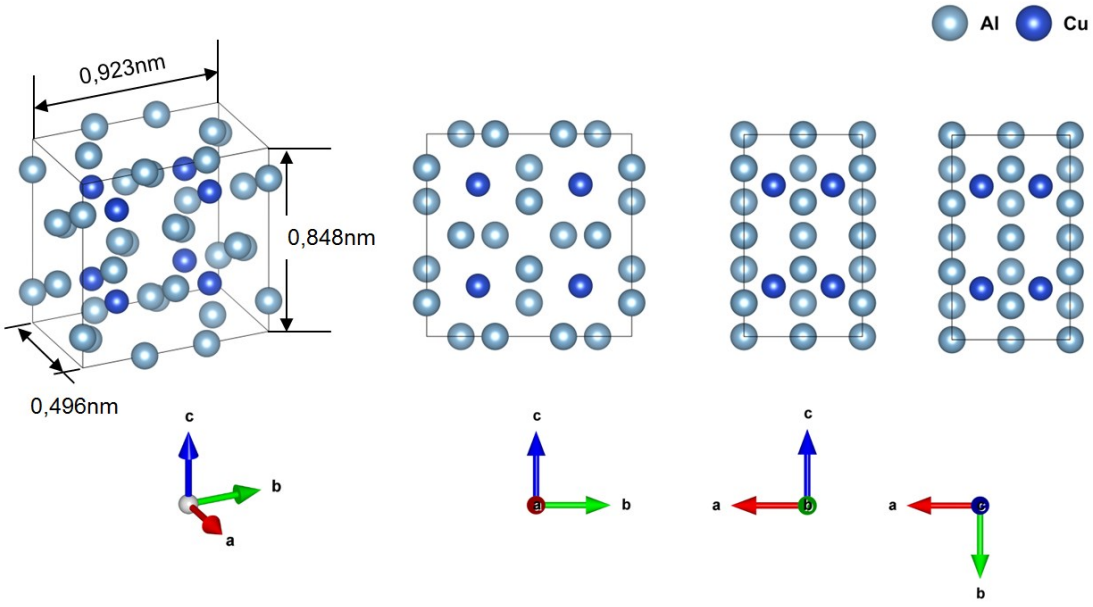


Abb. 2-12: Schematische Darstellung der Kristallstruktur der Ω-Phase gemäß [Wan05], erstellt mit Vesta [VES]

Die Ω- und die T_1-Phase liegen auf derselben Habitusebene {111} und wachsen in Form dünner Platten. Auch im Beugungsbild kann man die beiden Phasen kaum voneinander unterscheiden, da sie sehr ähnliche Reflexe zeigen [Bou98, Her93, Kno88].

Untersuchungen von Herring et al. [Her93] haben ergeben, dass in der Al-Cu-Li-Ag-Mg-Legierung Weldelite 049 keine Ω-, sondern ausschließlich die T_1-Phase als hauptfestigkeitssteigernde Phase vorkommt.

2.3.2.3 Al_2CuMg (S)-Phase

Die Kristallstruktur der Ausscheidungsphase S‘ ist der der Gleichgewichtsphase S (Al_2CuMg) sehr ähnlich, weshalb eine Unterscheidung nicht zwingend

erforderlich ist [Al-K99, Pol06, Wan05] und in der vorliegenden Arbeit davon abgesehen wird.

Zur Kristallstruktur, Morphologie und Grenzflächenstruktur der S-Phase liegen verschiedene Modellvorstellungen vor, wobei in der Literatur im Wesentlichen drei diskutiert werden: das Modell von Mondolfo [Mon 76], das Jin, Li und Yan-Modell [Jin90] und das von Perlitz und Westgren [Per43] (vgl. Tabelle 2-1). Zuletzt haben Radmilovic und Kilaas [Kil01, Rad99] ein Modell aufgestellt, das identisch mit dem von Perlitz und Westgren [Per43] ist, sich allerdings durch den Austausch der Cu- und Mg-Atome unterscheidet. Abb. 2-13 zeigt die schematische Darstellung der Gitterstruktur der S-Phase, wie sie nach dem aktuellen Stand der Forschung am wahrscheinlichsten ist.

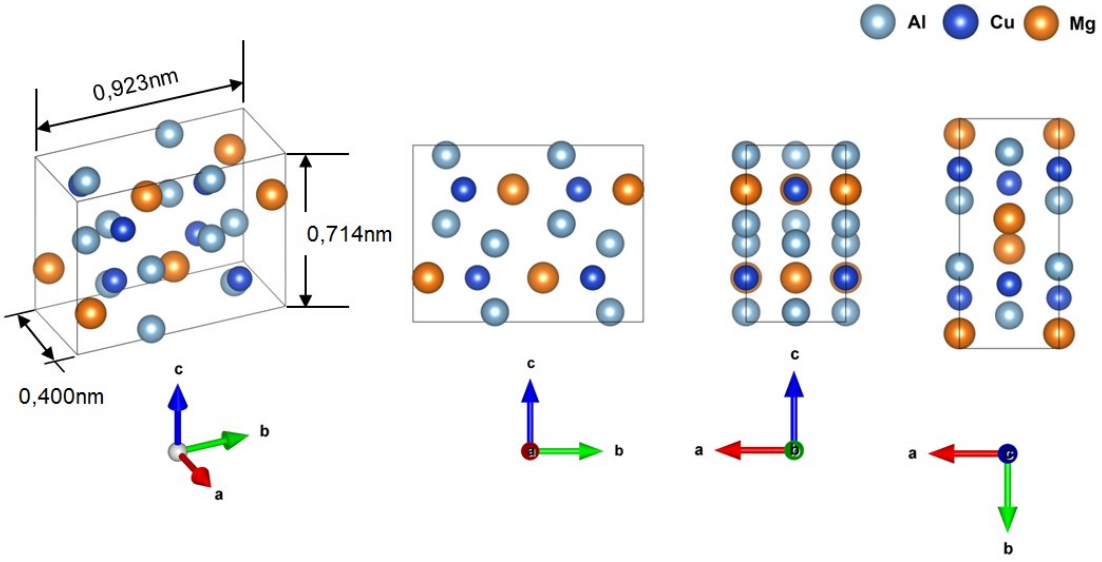


Abb. 2-13: Schematische Darstellung der Kristallstruktur der S-Phase gemäß [Per43] und [Wan05], erstellt mit Vesta [VES]

In Li-freien Al-Cu-Mg-Legierungen wird die Ausscheidungshärtung im peak-aged Zustand von der S-Phase dominiert [Wan05]. Die mechanischen Eigenschaften von Al-Cu-Li-Mg-Legierungen basieren auf der Verteilung der ausgeschiedenen S-Phasen, wobei sich gezeigt hat, dass diese Phase das Verformungsverhalten stark beeinflusst und beträchtlich die Zähigkeit verbessert [Gre85]. Radmilovic et al. [Rad99] haben herausgefunden, dass die Keimbildung von Ausscheidungen der S-Phase mit Versetzungen in der (020)-

Ebene verbunden ist, die einen spitzen Winkel mit der (021)-Habitusebene bilden. Untersuchungen von Gao et al. [Gao05] an Al-Li-Mg-Cu-Legierungen bestätigen, dass sich die S-Phase aus Clustern bildet, die im Anfangsstadium einer Auslagerung (150 °C) entstanden sind. S-Phasen und GP-Zonen, die sich im früheren Stadium der Aushärtung bilden, treten in Form von Latten und Nadeln auf. Die lattenförmigen Ausscheidungen der S-Phase können nicht einfach von Versetzungen geschnitten werden und führen daher zu einer homogenen Gleitung [Pol06].

2.3.2.4 Al_3Zr (β')- und Al_3Li (δ')-Ausscheidungen

Die Zugabe von Zr führt in Al-Li-Legierungen zur Bildung von β‘ (Al_3Zr)-Dispersoiden, die das Kornwachstum kontrollieren und die Rekristallisation hemmen [Gao05, Giu08, Sta96]. Die Partikel der β‘-Phase haben einen Durchmesser von 20 nm und liegen ungleichmäßig verteilt vor [Gu85], (vgl. Tabelle 2-1). In Abb. 2-14 ist ihre Kristallstruktur schematisch dargestellt.

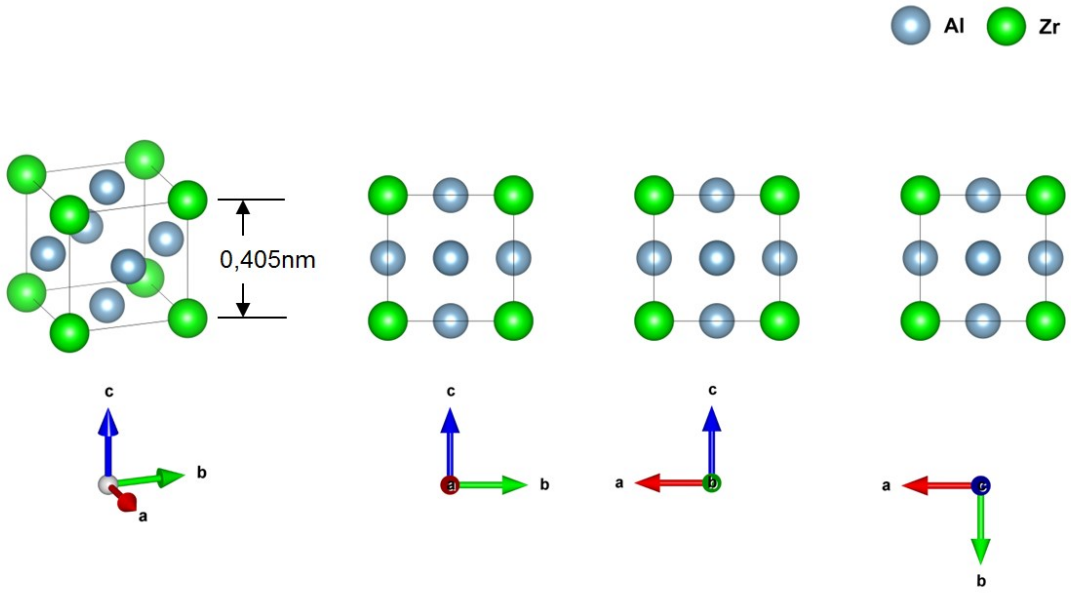


Abb. 2-14: Schematische Darstellung der Kristallstruktur der β‘-Phase gemäß [Tsi10, Wan05], erstellt mit Vesta [VES]

Die β‘-Dispersoide können den Ausscheidungen der Al_3Li (δ‘)-Phase als heterogene Keimbildungsorte dienen [Che00, Kha14]. β‘- und δ‘-Ausscheidungen weisen eine ähnliche Morphologie auf [Bou98, Gu85] und bilden sogenannte Kompositpartikel, wobei ein Kern aus β‘- von einem Mantel

aus δ‘-Phase umgeben ist [Flo87, Fra04, Gao05, Gay84, Whi90]. Mit zunehmender Warmauslagerungszeit wird der Mantel an δ‘-Ausscheidungen auf den β‘-Phasen dicker. Experimentelle Beobachtungen haben gezeigt, dass sich eine größere Anzahl Kompositpartikel vergröbert, als es die homogen in der Matrix keimenden einzelnen δ‘-Ausscheidungen tun [Gre84]. Ursächlich ist, dass Partikel, die eine kritische Größe erreicht haben bzw. überschreiten, stabiler sind als die Partikel, die kleiner als diese kritische Größe sind. Da die Kompositpartikel anfänglich größer als die umliegenden β‘-freien δ‘-Phasen sind, wachsen diese auf Kosten der Kleinen heran [Gu85]. Dies hat zur Folge, dass mehr Kompositpartikel als einzelne δ‘-Phasen vorhanden sind [Mak84]. Yoshimura et al. [Yos03a, Yos03b] haben gezeigt, dass auch GP-Zonen Keimbildungs- und Wachstumsorte für die δ‘-Phase sein können. Des Weiteren besitzt die δ‘-Phase eine Grenzfläche mit der θ‘-Phase [Gau11, Wan98].

Gao et al. [Gao05] haben bei der Warmauslagerung in Al-Li-Zr-Legierungen einen schnelleren Festigkeitsanstieg als in Al-Li-Mn-Legierungen festgestellt, den Gu et al. [Gu85] auf das schnellere Wachstum der δ‘-Phasen auf den bereits vorhandenen β‘-Ausscheidungen zurückführen.

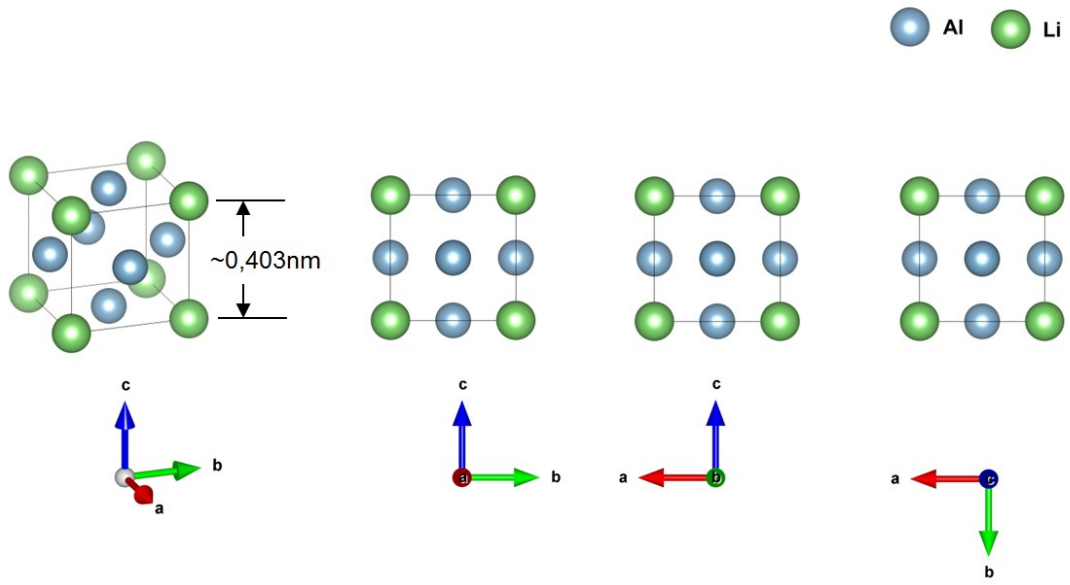


Abb. 2-15: Schematische Darstellung der Kristallstruktur der δ‘-Phase gemäß [Pol06], erstellt mit Vesta [VES]

δ‘-Partikel haben im Durchschnitt einen Durchmesser von einigen 10 nm [Whi90] und werden leicht von Versetzungen geschnitten (vgl. Abb. 2-4 a)), was zu lokalen Spannungsüberhöhungen führt und binäre Al-Li-Legierungen eine geringe Duktilität und Zähigkeit aufweisen. Entlang der Korngrenzen bilden sich Risse [Cso05, Pol06, Wan98]. Gregson et al. [Gre85] beschreiben, dass δ‘ in sämtlichen Legierungen auf Al-Li-Basis den größten Anstieg der Festigkeit beiträgt. Abb. 2-15 zeigt eine schematische Darstellung der Gitterstruktur der δ‘-Phase.

Im Vergleich der Legierungen AA2196 (1,4-2,1 Gew.% Li) und AA2198 (0,8-1,1 Gew.% Li), (siehe Tabelle A-1) zeigt erstere nach der Warmauslagerung ein anfänglich höheres Härteniveau, was sich durch den höheren Li-Gehalt mit dem schnelleren Ausscheiden der δ‘-Phase begründet. Im Zustand der maximalen Aushärtung erreichen dagegen beide Legierungen ein ähnliches Härteniveau, da in diesem Auslagerungszustand die T_1-Phase den dominanten Einfluss auf die erreichbare Festigkeit übernimmt (vgl. Abb. 2-16) [Des12].

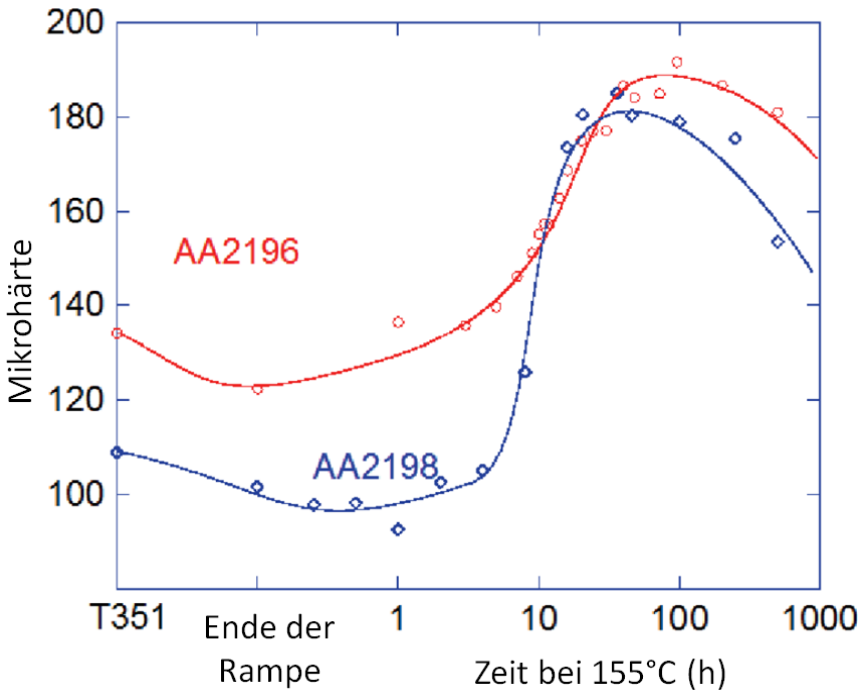


Abb. 2-16: Entwicklung der Vickers-Härte während der Wärmebehandlung bei 155 °C (h) an den Legierungen AA2198 und AA2196 (nach [Des12])

2.3.2.5 θ‘-Phase

Die Untersuchungen von Silcock [Sil60] an Al-Cu-Li-Legierungen zeigen, dass sich bereits bei kleinen Li-Gehalten lange θ‘-Plättchen bilden, wenngleich Li nicht zu den effektivsten Keimbildnern der θ‘-Phase zählt. In Abb. 2-17 ist schematisch die Kristallstruktur der θ‘-Phase dargestellt.

Li löst sich in der θ‘-Phase und steigert daher die freie Energie, was die Keimbildungsrate beschleunigt. Unter der Annahme, dass das in der θ‘-Phase lösliche Li-Gehalt variabel ist, enthalten die θ‘-Phasen umso mehr Li, je mehr Li in der Legierung ist [Sil60].

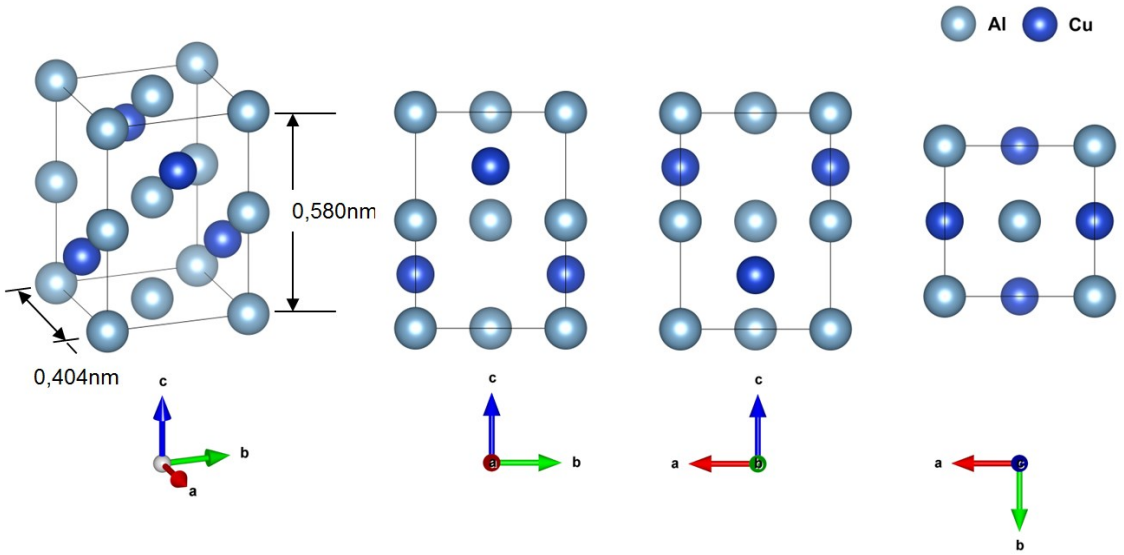


Abb. 2-17: Schematische Darstellung der Kristallstruktur der θ‘-Phase gemäß [Sil53, Wan05], erstellt mit Vesta [VES]

In Untersuchungen an Li-freien Al-Cu-Legierungen wurde herausgefunden, dass die θ‘-Phase an Versetzungsringen keimt, an denen sich bereits zuvor Ag-Atome angelagert haben [Ros12a, Ros12b].

Die Ausscheidungen vom Typ θ‘ in Al-Li-Legierungen wurden lange als isomorph und isostrukturell zu den θ‘-Ausscheidungen im Al-Cu-System angenommen. Sobald allerdings Li zugegeben wird, kann man davon ausgehen, dass die Li-Atome in die Fehlstellen des CaF_2-Prototyp-Gitters substituieren können [Rio86a].

2.4 Indirektes Strangpressen von Aluminiumwerkstoffen

Strangpressen zählt zu den Druckumformverfahren. Hierbei wird ein Pressbolzen durch eine formgebende Öffnung (Matrize) gedrückt. Während der Ausgangsquerschnitt des Bolzens vermindert wird, wird ein Strang mit vollem oder hohlem Querschnitt erzeugt. Die Einteilung der Strangpressverfahren erfolgt im Allgemeinen nach ihrer Verarbeitungstemperatur in Kalt- und Warmstrangpressen und nach der Strangbewegung relativ zur Stempelbewegung in das direkte und das indirekte Strangpressen. Die Krafteinleitung erfolgt entweder konventionell oder über das hydrostatische Verfahren.

Beim indirekten Strangpressen wird der Aufnehmer nach dem Laden des erwärmten Bolzens von der einen Seite mit einem kurzen Stempel verschlossen, während von der anderen Seite die Matrize eingeführt wird. Der Aufnehmer bewegt sich in Richtung Matrize, die sich gegen einen feststehenden Hohlstempel abstützt (vgl. Abb. 2-18). Der Bolzen wird zunächst aufgestaucht, bis anschließend der Werkstoff durch die weitere Bewegung des Aufnehmers durch die Matrize fließt. Beim indirekten Strangpressen findet somit keine Relativbewegung zwischen Block und Aufnehmer statt, so dass an dieser Stelle keine Reibungskräfte entstehen. Lediglich zwischen Aufnehmer und Matrize tritt Reibung auf. Es gilt:

$$F_G = F_M \qquad \text{(Gl. 2.1)}$$

F_M Matrizenkraft [MN]

F_G Gesamtkraft [MN]

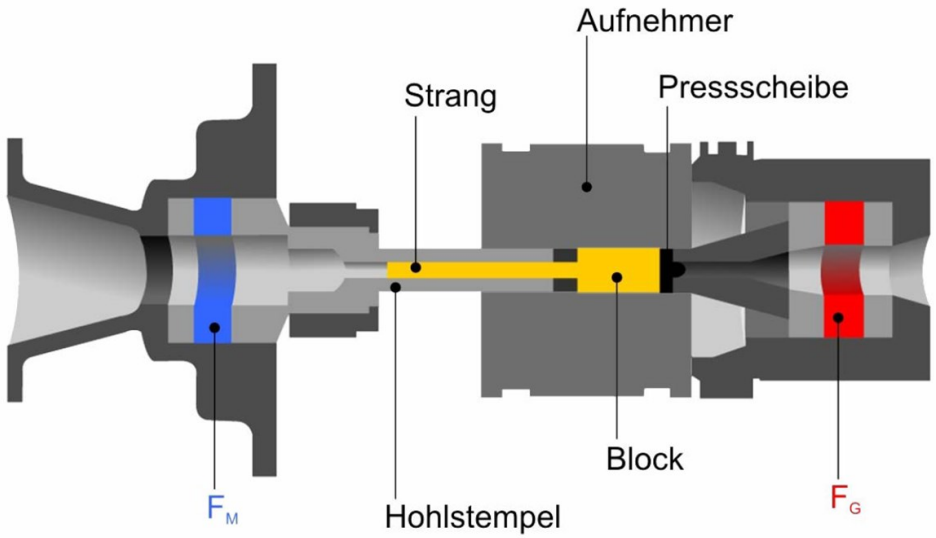


Abb. 2-18: Schematische Darstellung des indirekten Strangpressens ohne Schale [Mül07]

Das indirekte Strangpressen zeichnet sich gegenüber dem direkten Strangpressen durch einen homogeneren Materialfluss während des Pressvorgangs aus. Aufgrund des fehlenden Reibkontakts zwischen Bolzen und dem Aufnehmer entsteht beim indirekten Strangpressen ausschließlich vor der Matrize eine Umformzone (vgl. Abb. 2-19). Zudem ist die tote Zone wesentlich geringer ausgeprägt [Mül03, Mül07]. Als tote Zone bezeichnet man das aufgestaute Materialvolumen, sas bei der Umformung nicht mehr am Materialfluss beteiligt ist.

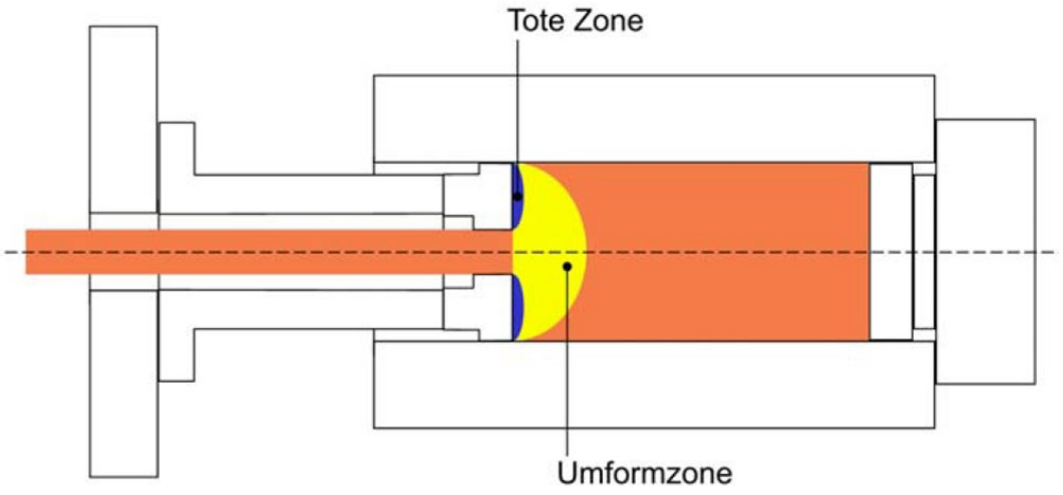


Abb. 2-19: Schematische Darstellung der Blockzonen beim indirekten Strangpressen [Mül07]

3 Ziel der Arbeit

Seit den 1950er Jahren bis in die heutige Zeit werden Al-Li-X-Legierungen weiterentwickelt, um dem sich stetig weiterentwickelnden Anforderungsprofil der Flugzeughersteller gerecht werden zu können. Die aktuelle Generation an Al-Li-X-Legierungen hat allerdings mit Zugabe von verhältnismäßig wenig Li (0,7-1,9 Gew.%) nicht mehr den ursprünglich realisierten Gewichts- und Steifigkeitsvorteil und stößt durch Kosten treibende Elemente wie Ag an die preisliche Akzeptanzgrenze der Flugzeugbauer [Ant14, Leq10].

Im Rahmen eines geförderten Vorhabens CORINNA (= cost reduction by innovative materials and processes for next aircraft generation), das zusammen mit dem Projektpartner Airbus AG erfolgt, sollen technisch und auch wirtschaftlich überzeugende Al-Li-X-Legierungen im Labormaßstab entwickelt werden, die zukünftig in Flugzeugstrukturen der nächsten Generation Anwendung finden können. Für die Entwicklung einer neuen, optimierten Legierungsgeneration ist es jedoch erforderlich, noch bestehende Kenntnislücken zur Wirkungsweise bestimmter Legierungselemente auf die Mikrostruktur und die daraus resultierenden mechanischen Eigenschaften zu schließen. Nach dem Stand der Kenntnisse ist noch unklar wie sich die Erhöhung des Mg-Gehalts (auf <1,0 Gew.%) und ein Cu-Gehalt (>3,5 Gew.%) oberhalb der angenommenen Löslichkeitsgrenze auf das Ausscheidungsverhalten hinsichtlich einer Festigkeitssteigerung auswirken. Des Weiteren wurde nicht untersucht, welchen Einfluss eine weitere Erhöhung des Si-Gehalts (auf > 0,2 Gew.% Si) auf die Festigkeit in Al-Li-Legierungen hat. Es verbleibt die Frage nach einer kostengünstigen Alternative zur festigkeitssteigernden Wirkung des Legierungselements Ag.

Ausgehend von der chemischen Zusammensetzung einer aktuell im Markt etablierten Legierung, der AA2050, wird durch die systematische Variation der Legierungsgehalte eine Matrix aus Versuchslegierungen aufgestellt (vgl. Kapitel 5.1). Durch vergleichende Untersuchungen an den Versuchslegierungen soll die genannte Fragestellung analysiert und bewertet werden.

4 Methoden und experimentelle Grundlagen

Um systematisch den Einfluss der Legierungselemente auf die Phasen in der Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften untersuchen zu können, wurde eine Matrix aus sieben Versuchslegierungen aufgestellt. Basierend auf der chemischen Zusammensetzung der Referenzlegierung AA2050 (im Folgenden als XL10 gekennzeichnet) haben sich durch gezielte Variationen einzelner Legierungselemente bzw. -gehalte sechs weitere Legierungszusammensetzungen ergeben. Sie haben die Bezeichnungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 erhalten (vgl. Tabelle 5-1).

Die Herstellung der Versuchsstutzen erfolgte im Labormaßstab am Institut für Metallurgische Prozesstechnik und Metallrecycling (IME) der RWTH Aachen. Die gewünschten Legierungszusammensetzungen wurden in einem Vakuuminduktionsofen geschmolzen, zu kleinen Bolzen gegossen und anschließend im Realmaßstab bei der Otto Fuchs KG stranggepresst. Die genaue Vorgehensweise ist im Folgenden beschrieben.

4.1 Thermodynamische Simulationsrechnungen

Zu allen vorliegenden Versuchslegierungen wurden thermodynamische Simulationsrechnungen mit Hilfe der Software FactSage$^{TM\ 6.4}$ [FS] durchgeführt. Die Software kann nur das thermodynamische Gleichgewicht berechnen, so dass das Simulationsergebnis die Information liefert, welche stabilen Phasen abhängig von der Legierungszusammensetzung auftreten und zu welchen Anteilen sie sich bei unendlich langsamer Abkühlung bilden.

Die Software FactSage$^{TM\ 6.4}$ © wurde im jetzigen Erscheinungsbild im Jahre 2001 eingeführt und ist eine Verschmelzung aus den thermochemischen Paketen FACT-Win/ F*A*C*T und CHEMSage/ SOLGASMIX. FactSage^{TM} ist eine sogenannte CALPHAD-Software (Computer Coupling of Phase Diagrams und Thermochemistry), die zur Bestimmung stabiler Phasen auf thermodynamische Datenbanken zurückgreift. Bale et al. [Bal09] und Luo [Luo15] liefern einen allgemeinen Überblick über CAPHAD-Berechnungen mit Hilfe fortschrittlicher Software.

Für die vorliegenden Berechnungen wurde die FactSage-Datenbank „FTlite“ in der Version 6.4 verwendet, die häufig für die Berechnungen von Leichtmetallzusammensetzungen Anwendung findet und u. a. für die Berechnung von kommerziellen Legierungen der 2xxx-Reihe empfohlen wird. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit kamen die Tools EQUILIB und PHASE DIAGRAM zum Einsatz. Abb. 4-1 zeigt beispielhaft die Berechnung eines Phasendiagramms mittels FactSage. Simuliert wurde eine Al-Cu-Mg-Li-Musterlegierung mit festen Legierungsgehalten von 0,5 Gew.% Mg, 1,0 Gew.% Li und einem variierenden Gehalt von 3,2-4,2 Gew.% Cu. In dieser Darstellungsform wird die Temperatur (Y-Achse) über den variierenden Gehalt eines ausgewählten Legierungselements aufgetragen, so dass ein Diagramm aus Phasenfeldern berechnet wird, die von Temperatur und Legierungsgehalt abhängig sind.

Mit Abkühlung aus dem flüssigen Zustand (> 650 °C) bildet sich aus der flüssigen Phase (Liquid) der Mischkristall (FCC_A1). Nach Unterschreiten der Soliduslinie (grün markiert, vgl. Abb. 4-1) liegt keine flüssige Phase mehr vor. Mit weiterer Abkühlung bilden sich je nach Cu-Gehalt die Phasen „$Al_{15}Cu_8Li_2$“, „Al_2CuLi“ und „$Al_{57}Cu_{11}Li_{32}$“, wobei sich die „$Al_{15}Cu_8Li_2$“-Phase bis zum Erreichen des festen Zustandes wieder aufgelöst hat. Die Betrachtung ist in dieser Darstellung qualitativ, d. h. es liegt keine Information vor, welche Mengen der jeweiligen Phasen auftreten.

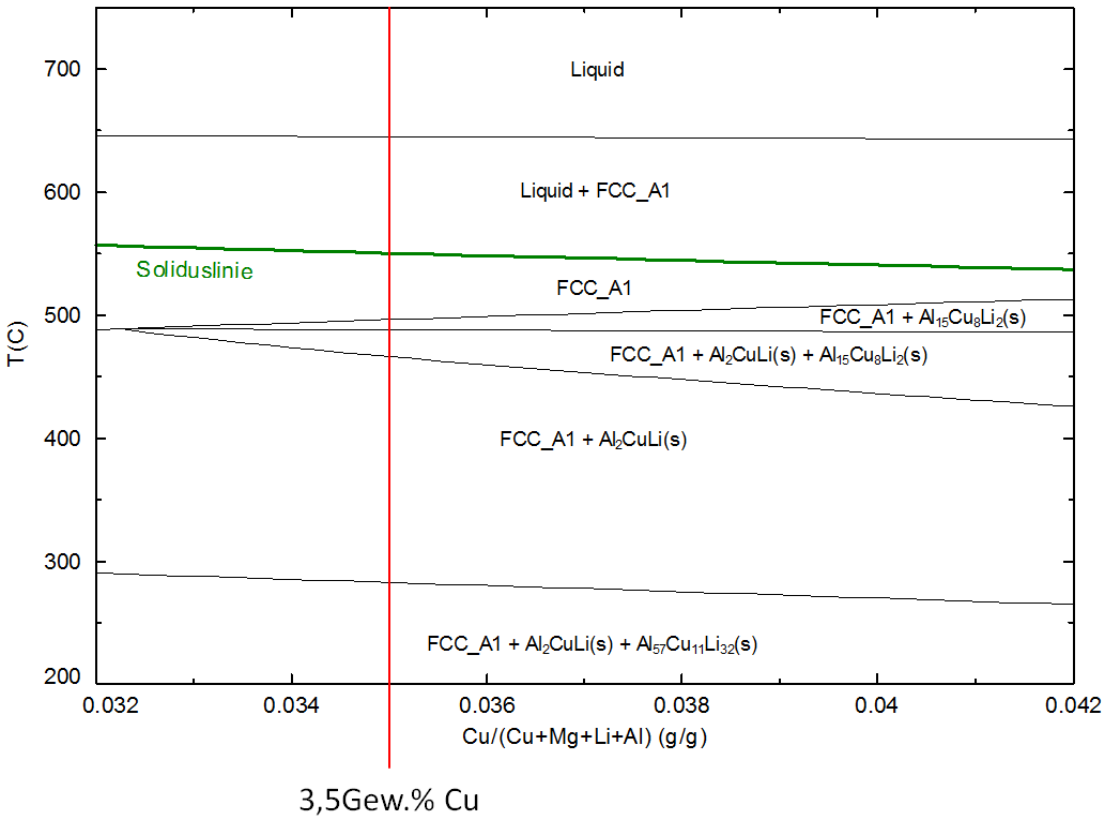


Abb. 4-1: PHASE DIAGRAM-Berechnung mittels FactSage einer Al-Cu-Mg-Li-Musterlegierung mit festen Gehalten von 0,5 Gew.% Mg, 1,0 Gew.% Li und einem variablen Gehalt von 3,2-4,2 Gew.% Cu

Wählt man eine feste Legierungszusammensetzung, wie z. B. 3,5 Gew.% Cu, 0,5 Gew.% Mg, 1,0 Gew.% Li und 95,0 Gew.% Al (vgl. rote Linie in Abb. 4-1), können in einem anderen Darstellungsmodus quantitative Anteile der Phasen berechnet werden. In der sogenannten EQUILIB-Simulation ist der Gehalt der jeweiligen Phasen in Gew.% über der Temperatur (in °C) aufgetragen. Veranschaulicht wird diese Darstellungsweise in Abb. 4-2. Oberhalb von 650 °C liegen 100 Gew.% „Liqu#1“ vor, d. h. die Legierung befindet sich zu 100 % im flüssigen Zustand. Fällt die Temperatur unter 650 °C, bildet sich der Mischkristall (FCC#1), dessen Anteil in Gew.% mit weiterer Abkühlung zunimmt, während sich der von Liqu#1 stetig reduziert. Des Weiteren scheiden unterhalb von 500 °C die Phasen „$Al_{15}Cu_8Li_2$“, „Al_2CuLi“ und „$Al_{57}Cu_{11}Li_{32}$“ aus, deren Gehalte temperaturabhängig variieren.

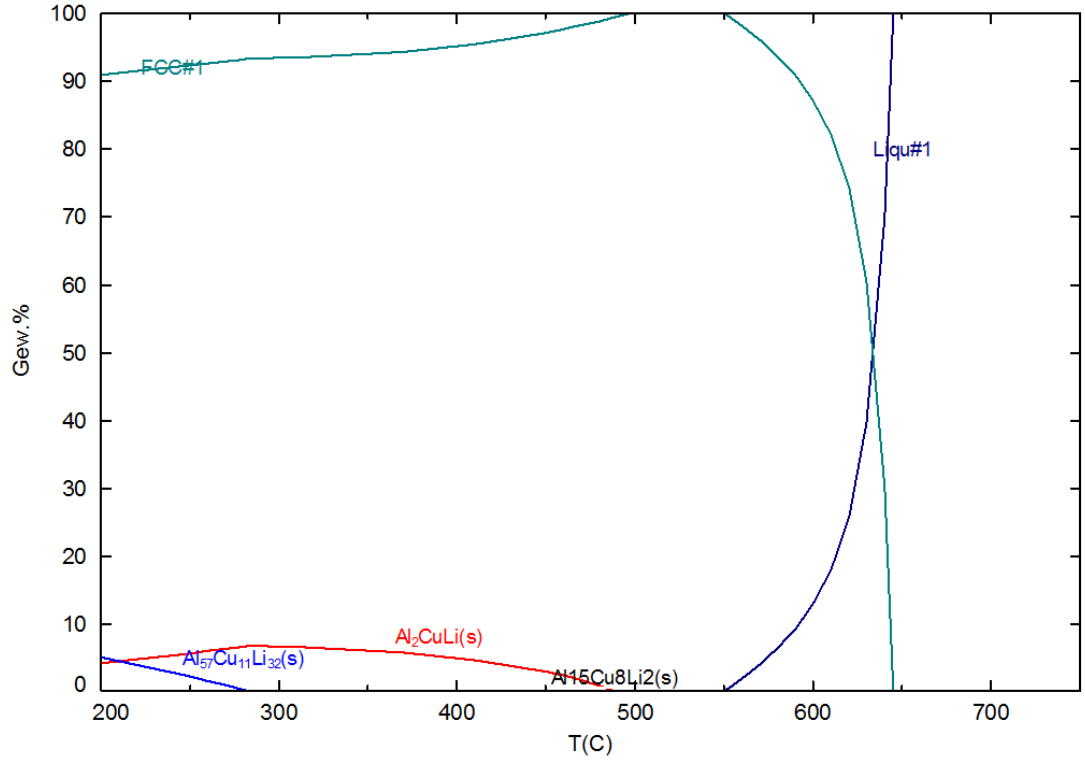


Abb. 4-2: EQULIB-Berechnung mittels FactSage einer Al-Cu-Mg-Li-Musterlegierung mit einer festen Legierungszusammensetzung von 0,5 Gew.%, 1,0 Gew.% Li, 3,5 Gew.% Cu und 95,0 Gew.% Al

4.2 Herstellung der untersuchten Werkstoffzustände

4.2.1 Kokillenguss und anschließende Homogenisierung

Die Herstellung der im Rahmen dieser Arbeit erforderlichen Versuchsgussstutzen erfolgte am IME der RWTH Aachen. Für die geplanten Arbeiten verfügt das IME über einen Vakuuminduktionsofen (VIM100), der ein lithiumgerechtes Schmelzen und Gießen unter Sauerstoffabschluss und unter Schutzatmosphäre gewährleistet sowie eine stranggussähnliche Erstarrung simulieren kann.

Da das Legierungselement Li eine äußerst hohe Affinität zu Sauerstoff hat und sehr korrosionsfreudig ist, ist für die Herstellung von Al-Li-X-Legierungen der Einsatz einer speziellen Gießtechnologie erforderlich. Vom Einschmelzen bis zum Abguss der Li-haltigen Schmelze wurde unter Einsatz einer Schutzgasatmosphäre gearbeitet, um einem Angriff der Ofenauskleidung und einer Reaktion mit der Umgebungsluft entgegenzuwirken.

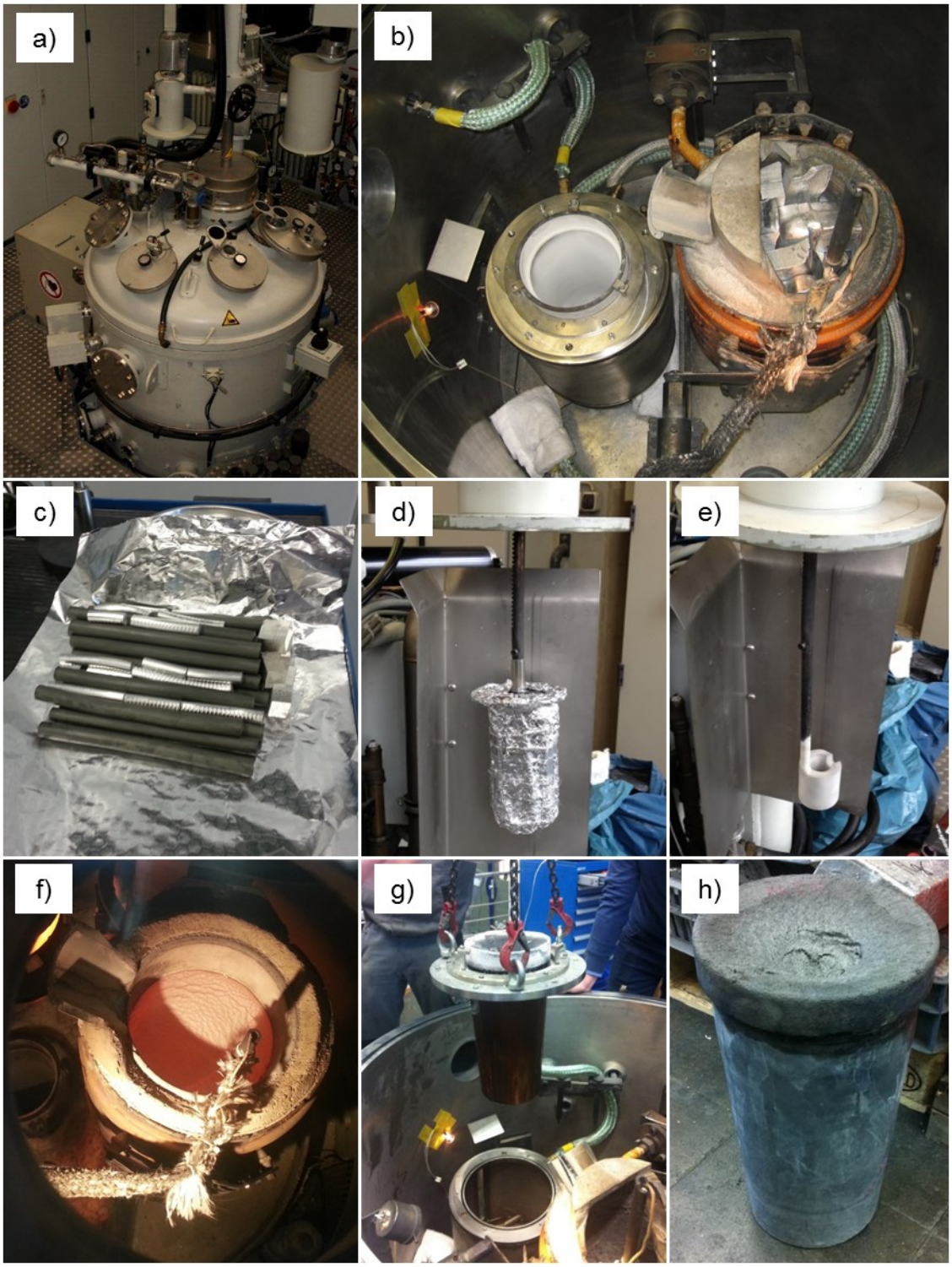


Abb. 4-3: Vakuuminduktionsofen VIM100 am IME der RWTH Aachen: a) Außenansicht des Ofens, b) Ofenkammer von innen mit bestücktem Schmelztiegel und Kokille, c) Einsatzmaterial Li, Mg und Ti, das über die Schleuse (d) kurz vor Abguss chargiert wird, e) Tiegel zur Probenentnahme aus der flüssigen Schmelze (f), g) Ziehen des erstarrten Blocks aus der Kokille, h) fertiger Block

Der Ofen VIM100 (vgl. Abb. 4-3) ermöglicht die Herstellung von Al-Li-X-Stutzen im Labormaßstab, wobei ein fertiger Block ein Gewicht von ca. 25 kg (Ø 160 x 250 mm) hat.

Bei der Auswahl der Einsatzmaterialien wurde auf höchste Reinheit geachtet. Der Gehalt an Verunreinigungen in der Vorlegierung $AlSi_{50}$, $AlMn_{25}$, $AlZr_5$ und $AlTiB_1$ war in Summe < 0,15 %. Die verwendeten Legierungselemente lagen in der folgenden Reinheit vor: Al > 99,98 %, Cu > 99,80 %, Mg > 99,93 %, Li > 99,97 % und Ag > 99,99 %.

Die gegossenen Bolzen wurden vor dem Strangpressen homogenisiert (vgl. Kapitel 4.2.4.1).

4.2.2 Strangpressen, indirekt

Die gegossenen Versuchsstutzen wurden nach dem Abdrehen auf Ø 160 x 250 mm und einer legierungsspezifischen Homogenisierung auf einer 15 MN Strangpresse bei Otto Fuchs indirekt zu einer Rechteckflachstange von (70 x 15) mm stranggepresst (vgl. Abb. 4-4). Die Extrusion erfolgte mit einem Pressdruck von 85-95 bar und einer Pressgeschwindigkeit von 0,8 m/ min.

Die vorhergehende Erwärmung der Gussbolzen auf eine Bolzeneinsatztemperatur von 450 °C erfolgte stets mittels eines induktiven Durchlaufofens, der laut Spezifikation Temperaturschwankungen von + 10 °C und - 20 °C aufweisen kann. Die Rezipiententemperatur betrug 410 °C.

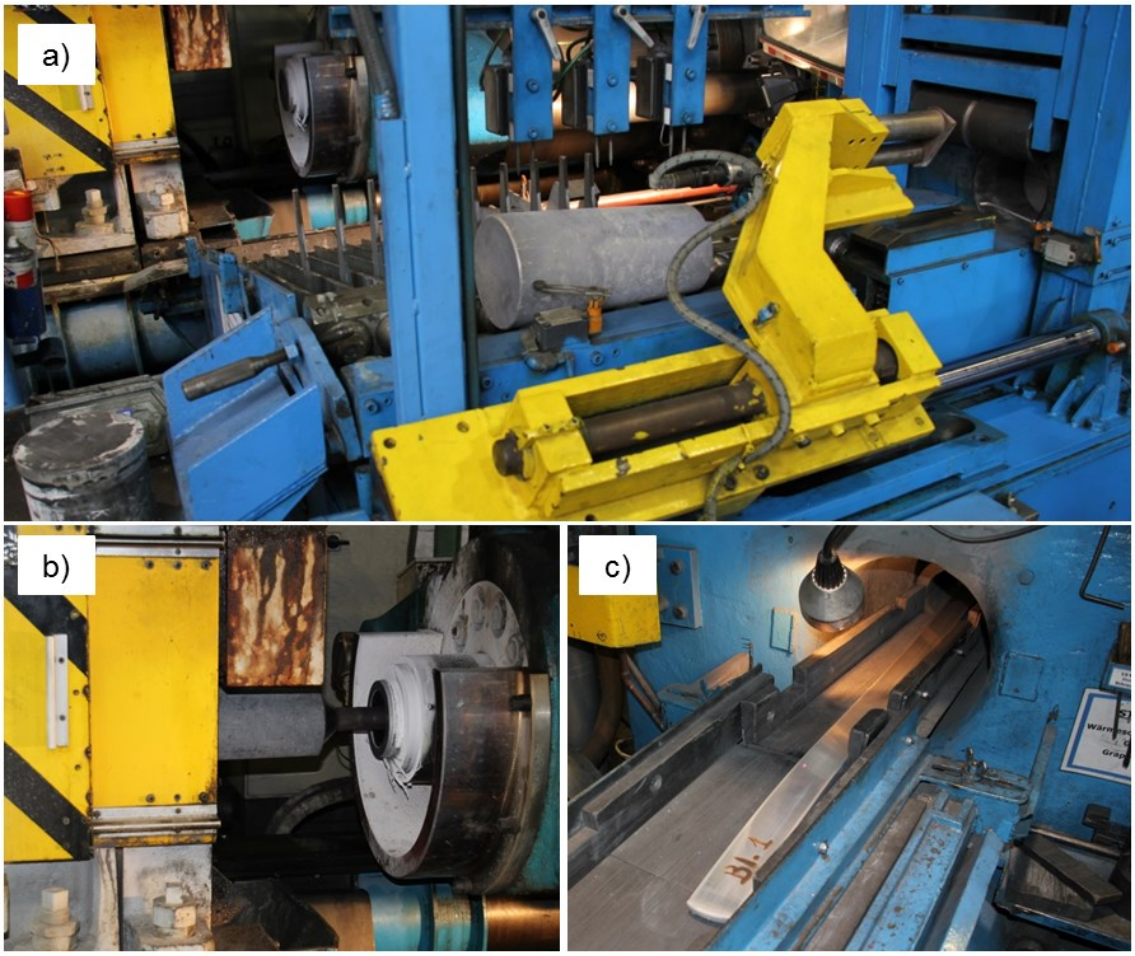


Abb. 4-4: Indirekte Strangpresse 15 MN-Strangpresse bei Otto Fuchs: a) Transport des erwärmten Bolzens vom induktiven Durchlaufofen zum Aufnehmer, b) Laden des erwärmten Bolzens, c) Extrusion der Rechteckflachstange durch indirektes Strangpressen

4.2.3 Kaltverformung (Recken)

Vor der Warmauslagerung wurde der Werkstoff kaltverformt, indem die Profilabschnitte auf einer Reckbank ca. 2-3 % kaltgereckt wurden.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde darauf verzichtet, den Werkstoff im nicht gereckten Zustand zu untersuchen, da bekannt ist, dass die plastische Verformung vor der Warmauslagerung die Festigkeit [Gab01, War06] und Duktilität in Al-Li-Cu-X-Legierungen verbessert [Cas91a, Gab00, Gab01, Nob72, Rin95, Sil60]. Durch eine Kaltverformung scheiden sich die Ausscheidungen der Legierung feiner aus und es bilden sich weniger Ausscheidungen an den Korngrenzen [Cas91b].

4.2.4 Wärmebehandlungen

Vom Guss bis zum ausgehärteten Vormaterial erfährt der Werkstoff drei unterschiedliche Wärmebehandlungen: das Homogenisieren, das Lösungsglühen und die Warmauslagerung (nach der Kaltverformung). Im Folgenden wird die Vorgehensweise der jeweiligen Wärmebehandlungen genauer beleuchtet.

4.2.4.1 Homogenisierung

Die gegossenen Versuchsstutzen wurden vor dem Strangpressen in einem Umluftofen (Firma Hofmann Wärmetechnik, ± 2 °C) homogenisiert. Um Anschmelzungen im Gefüge zu vermeiden, muss die Homogenisierungstemperatur abhängig von der Legierungszusammensetzung angepasst werden. Zur Bestimmung der geeigneten Homogenisierungsparameter wurden für jede Legierungszusammensetzung individuell aus den thermodynamischen Simulationsrechnungen eine Solidustemperatur abgeleitet und anschließend geglühte Abschnitte im umliegenden Temperaturbereich lichtmikroskopisch auf Anschmelzungen überprüft. Auf Basis von Literaturwerten und vorliegender Werkstofferfahrung bei der Otto Fuchs KG haben sich die folgenden Parameter ergeben:

1) schnelles Aufheizen auf 200 ± 2 °C
2) Aufheizen auf 500 ± 2 °C mit Rampe 30 ± 2 °C/ h
3) 8 h halten bei 500 ± 2 °C
4) 24 h halten bei T_H ± 2 °C (vgl. Tabelle 4-1)

Tabelle 4-1: Homogenisierungsparameter aller Versuchslegierungen

Legierung XL …	01	02	08	10	11	13	14
T_H in °C	512	512	519	527	512	503	512

4.2.4.2 Lösungsglühung

Vor der Kaltverformung (dem Recken) wurden die stranggepressten Profile abhängig von der Legierungszusammensetzung für 70 min. in einem Umluftofen (Firma Hofmann Wärmetechnik, T ± 2 °C) lösungsgeglüht und im

Wasserbad abgeschreckt. Die Lösungsglühparameter wurden, ähnlich wie bei der Parametrisierung der Homogenisierung beschrieben, für jede Legierung individuell auf Basis von thermodynamischen Simulationsberechnungen, Angaben aus der Literatur, Vorversuchen zu Anschmelzungen und vorliegender Werkstofferfahrung bei der Otto Fuchs KG festgelegt (vgl. Tabelle 4-2).

Tabelle 4-2: Lösungsglühparameter aller Versuchslegierungen

Legierung XL …	01	02	08	10	11	13	14
T in °C	527	527	527	527	502	492	492

4.2.4.3 Warmauslagerung

Aufgrund von Literaturhinweisen zu Al-Li-Legierungen wurde bei einer Temperatur von 153 ± 3 °C warmausgelagert. Die Temperaturbehandlung erfolgte in einem Umluftofen (Firma Nabertherm). Durch Warmauslagerungsdauern von 8 h, 24 h und 48 h sollte zunächst sichergestellt sein, dass Probenmaterial in den drei Auslagerungszuständen unteraltert (8 h), peak-aged (24 h) und überaltert (48 h) vorlag. Die Untersuchungsergebnisse der Zugversuchskennwerte zeigten jedoch, dass bei einigen Legierungen erst nach 48h das gewünschte Festigkeitsniveau erreicht werden konnte, so dass in vielen Untersuchungen der Fokus auf dem Auslagerungszustand von 153 ± 3 °C und 48 h lag.

4.3 Analyse der Gefügestruktur

4.3.1 Probenlage

Abb. 4-5 gibt eine schematische Übersicht zu den Richtungsbezeichnungen in Relation zur Strangpressrichtung des Profils. Hierbei wird zwischen 0° (L - longitudinal), 90° (LT –long transverse) und 45° (ST –short transvers) zur Umformrichtung unterschieden.

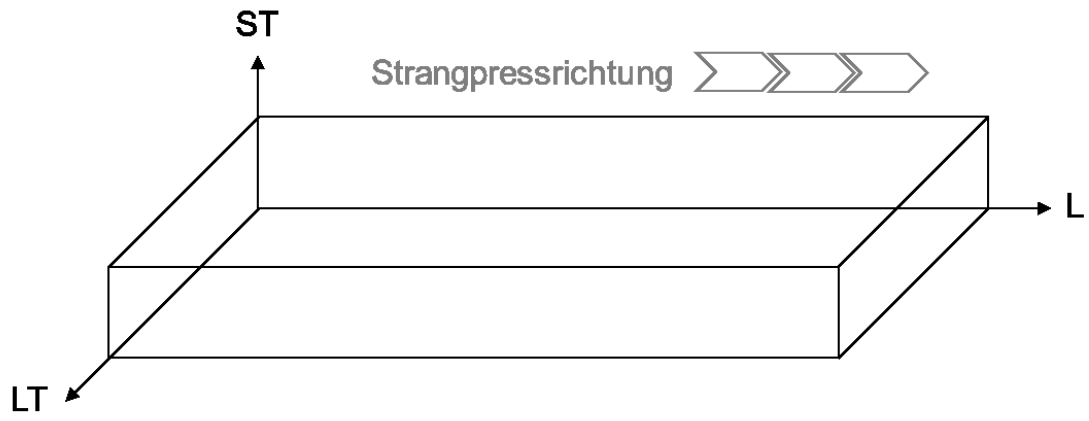


Abb. 4-5: Schematische Darstellung eines stranggepressten Profilabschnitts mit den Richtungsbezeichnungen L, ST und LT

In der vorliegenden Arbeit wurden alle Proben ausschließlich im Kern und am Strangende des Profil (= Gussanfang) entnommen (weitere Infos hierzu vgl. Kapitel 5.2).

4.3.2 Metallographische Präparation

Zur makroskopischen Untersuchung des Gefüges der Profilquerschnitte wurden die Proben mit Hilfe einer Schleifmaschine ATM Saphir 330 auf SiC-Nassschleifpapier mit abnehmender Korngröße des Schleifpapiers (P180, P800, P1200, P2400 und P4000) präpariert. Für die abschließende Politur mittels Poliergerät Jean Wirtz TF250 wurden Diamantsuspensionen (Struers) auf Wasserbasis der Körnungen 3 µm und 1 µm verwendet. Für die Untersuchung des Gefüges wurde der fertige Schliff für ca. 2 min. in eine Al M5-Ätzung (vgl. Tabelle 4-3) getaucht. Anschließend wurden die Proben im Wasserbad gereinigt, mit Alkohol abgespült und unter einem Fön getrocknet.

Tabelle 4-3: Zusammensetzung Ätzmittel Al M5

Ätzmittel Al M5
15 ml Flusssäure (40 %)
45 ml Salzsäure (32 %)
15 ml Salpetersäure (65 %)
25 ml dest. Wasser

Für die Licht- und auch die Rasterelektronenmikroskopie wurden die Proben in Phenolharz mittlerer Härte warm eingebettet. Das Schleifen aller Proben erfolgte wie für die makroskopische Präparation beschrieben. Nach der Politur wurden die Proben jedoch noch abschließend mit einer 0,05 µm OPS-Suspension (Struers) feinpoliert.

Zur Untersuchung des Gefüges im Lichtmikroskop (LiMi) wurden zwei unterschiedliche Ätzverfahren verwendet: die Kornflächenätzung nach Barker und die Korngrenzenätzung gemäß Dix und Keller.

Bei der Tauchätzung nach Dix und Keller betrug die Ätzdauer abhängig vom Probenzustand 30-40 s. In Tabelle 4-4 ist die genaue Zusammensetzung des Ätzmittels angegeben.

Tabelle 4-4: Zusammensetzung Ätzmittel nach Dix und Keller

Dix-Keller-Ätzmittel
1 ml Flusssäure (38-40 %)
3 ml Salzsäure (37 % rauchend)
5 ml Salpetersäure (51-53 %)
191 ml dest. Wasser

Bei der Kornflächenätzung nach Barker (DIN V 1739) handelt es sich um eine Ätzung mit anodischer Oxidation. Auf der Schliffffläche wächst eine dünne Oxidationsschicht, die eine optische Anisotropie der Kristallflächen hervorruft und die Körner als farblich unterschiedliche Flächen unter polarisiertem Licht abbildet. Voraussetzung zur Untersuchung nach dieser Methode sind eine Gleichstromquelle zur anodischen Oxidation und eine Polarisationseinrichtung am Mikroskop. Für die mikroskopische Beobachtung genügen zwei Polarisationsfilter, ein Analysator und ein Polarisator. In Abb. 4-6 ist die Anordnung der Probe nach dem Barker-Verfahren dargestellt.

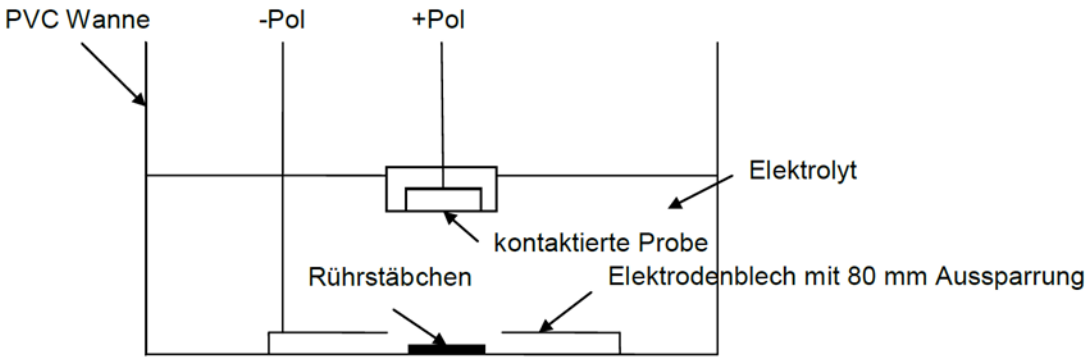


Abb. 4-6: Schematische Darstellung einer Anodisationszelle [Warn10]

Als Kathode und als Anodenhalter wird ein Reinstaluminiumblech verwendet. Der Elektrolyt setzt sich gemäß DIN V 1739 aus 940 ml destilliertem Wasser und 60 ml Fluorborsäure (HBF_4) zusammen. Die Probe wird mit der Schlifffläche zur Kathode gewandt eingehängt und bei einer Stromstärke von 0,2 A für drei Minuten anodisiert. Nach abgeschlossener Behandlung wird die Probe zunächst mit Wasser abgespült, in Alkohol getaucht und unter einem Fön getrocknet. Anschließend ist die Probe zur mikroskopischen Betrachtung unter polarisiertem Licht geeignet [Schi66].

Von den stranggepressten Profilen wurden Quer- und Längsschliffe angefertigt und das Gefüge analysiert.

Die Präparation von TEM-Proben (sog. Folien) erfordert die Herstellung von sehr dünnen, durchstrahlbaren Bereichen (< 200 nm Dicke). Hierfür wurden mit einer Präzisionssäge etwa 0,5 mm dicke Scheiben des zu untersuchenden Materials ohne Einbringung von Verformung und Wärme abgetrennt. Je zwei dieser Scheiben wurden nach dem Entgraten auf einen Schleifbock geklebt und beidseitig auf Nassschleifpapier der Körnungen p320 und p400 auf eine Dicke von ca. 100 µm dünngeschliffen. Aus den entstandenen Folien wurden Scheiben mit einem Durchmesser von 3 mm mechanisch herausgestanzt. Diese wurden schließlich nach dem Verfahren der Zweistrahl-Jetpolitur auf einem Gerät Struers Tenupol-3 elektrolytisch gedünnt. Als Elektrolyt diente eine Mischung aus Methanol und HNO_3 im Verhältnis 2:1; die Temperatur betrug 23 °C und die Polierspannung 12 V. Weitere gerätespezifische Parameter waren eine Fließrate von 2-3 und eine automatische Empfindlichkeit der infraroten Fotozelle. Die mittlere Polierdauer betrug ca. 40 Sekunden.

Die TEM-Folien wurden senkrecht zur Probenlängsachse (L-Richtung) des Strangpressprofils, d. h. in der LT-ST-Ebene im Kern am Strangende entnommen.

4.3.3 Mikroskopische Untersuchungen

Die makroskopische Auswertung der Proben (Querschnitt Strangpressprofil) erfolgte mit dem bloßen Auge, wobei insbesondere auf eine Rekristallisation am Profilrand und ein homogenes Gefüge geachtet wurde.

Für die mikroskopische Auswertung wurden sowohl licht- als auch elektronenmikroskopische Verfahren verwendet. Diese werden im Folgenden, nach ihrem Auflösungsvermögen geordnet, kurz vorgestellt. Für grundlegende Informationen zu diesen Verfahren sei auf einschlägige Fachliteratur verwiesen: [Hor93].

4.3.3.1 Lichtmikroskopie

Für einen ersten Eindruck der Gefügestruktur wurde mit Hilfe eines Auflichtmikroskops GX51 der Firma Olympus das Gefüge im Gusszustand und im lösungsgeglühten Zustand nach dem Strangpressen untersucht und mit einer am Mikroskop angeschlossenen Digitalkamera aufgenommen. Die Bildbearbeitung erfolgte mit der Computer-Software „Stream Enterprise 1.9“ der Firma Olympus. Die Untersuchung erfolgte in der LT-ST-, L-LT- und L-ST-Ebene.

4.3.3.2 Rasterelektronenmikroskopie

Ausgewählte Versuchslegierungen und Probenzustände wurden mittels REM analysiert. Die Untersuchungen wurden an einem Rasterelektronenmikroskop (REM) des Typs Jeol JSM-6480LV durchgeführt und mit Hilfe der Software „NSS 3 X-Ray Microanalysis“ der Firma Thermo Scientific ausgewertet. Im Rahmen der Ausscheidungsanalysen wurde mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) gearbeitet, die mit Hilfe der Software „Scanning Electron Microscope 7.06“ der Firma Jeol erfolgte. Die unterschiedlichen Zustände wurden an Proben im Längs- und/oder Querschliff mit geätzter Probenoberfläche untersucht.

4.3.3.3 Transmissionselektronenmikroskopie

Zur Begutachtung der feinen Korn-, Subkornstruktur und der ausgeschiedenen Phasen wurde das Transmissionselektronenmikroskop (TEM) verwendet. Die vorliegenden Proben wurden so charakterisiert, dass man einen Einblick in die Morphologie, Orientierung und Verteilung der Ausscheidungsphasen, Dispersoide und Korngrenzen bekommt. Die Untersuchungen wurden an einem Gerät vom Typ JEOL-2200FS unter einer Beschleunigungsspannung von 200 kV durchgeführt.

Das Gerät bietet über die konventionellen Abbildungsmodi (CTEM) hinaus die Möglichkeit, Transmissionselektronenmikroskopie im Rastermodus (STEM) zu betreiben. Für diesen Abbildungsmodus verfügt das Gerät über einen ringförmigen Weitwinkel-Dunkelfelddetektor (HAADF) und einen Hellfeld(HF)-Detektor. Der HF-Detektor fängt Elektronen auf, die vom nicht gestreuten Nullstrahl stammen, und solche, die in den Umfang des Bragg'schen Streuwinkels fallen. Somit wird hauptsächlich der Beugungskontrast abgebildet. Bei einer STEM-Aufnahme im Dunkelfeld (DF-STEM) hilft der sogenannte Atomzahlkontrast oder auch Z-Kontrast bei der Identifizierung von Phasen. Er entsteht durch den Empfang inkohärent gestreuter Elektronen. Bei gleicher Probendicke erscheinen hierbei die Elemente umso heller, je höher ihre Kernladungs-/Ordnungszahl ist; bei unterschiedlicher Probendicke, aber gleicher Kernladungs-/Ordnungszahl erscheint der Bereich umso heller, je dicker die Probe ist.

Das Arbeiten im STEM-Modus hat gegenüber dem konventionellen TEM (CTEM) einige nennenswerte Vorteile, die im Folgenden erläutert werden: Zwischen den Aufnahmen von Beugungsbild, HF und DF ist es im STEM-Modus nicht erforderlich, die Probe von der genauen Zonenachse (ZA) weg zu kippen, so dass die Aufnahme von HF und DF gleichzeitig erfolgt. Dies hat zur Folge, dass alle Aufnahmen in einer ZA durchgeführt werden können und aufgrund einer unveränderten Probenlage ein effizienteres Arbeiten möglich ist. Da alle zu untersuchenden Proben eine hohe Dichte an kohärenten und teilkohärenten Ausscheidungen aufweisen, kommt es zu Verzerrungen in der Matrix. Bilder im CTEM-Modus (vgl. Abb. 4-7 a)) zeigen einen viel

empfindlicheren Verzerrungskontrast in Bezug auf lokale Orientierungsänderungen gegenüber STEM-Aufnahmen (vgl. Abb. 4-7 b)), weshalb die Identifizierung der einzelnen Phasen in einer ZA mittels CTEM gegenüber STEM deutlich erschwert ist. Teilweise wurde auch energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX), die ebenfalls den fein fokussierten Strahl im STEM-Modus verwendet, eingesetzt.

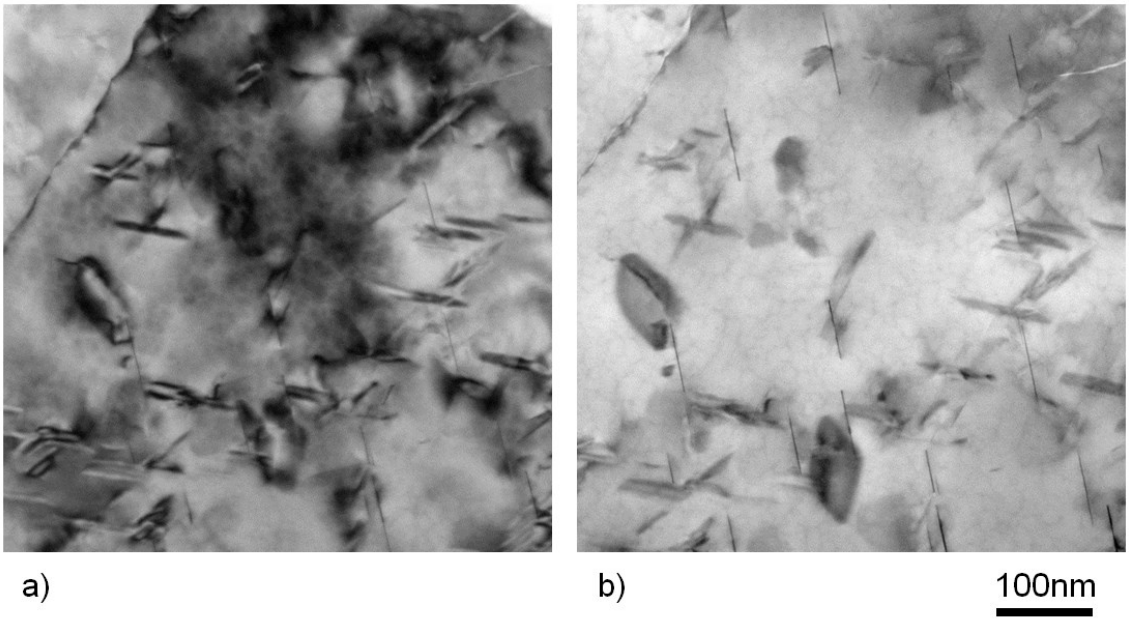


Abb. 4-7: HF-CTEM (a) und HF-STEM (b) der Legierung XL08 im Vergleich

Aufgrund der oben aufgeführten Vorteile beim Arbeiten im STEM-Modus wurde der größte Teil der vorliegenden Proben in selbigem analysiert. Eine Ausnahme bildete die Untersuchung der β‘- und δ‘-Phase (vgl. Kapitel 2.3.2.4). Um die β‘- und/oder δ‘-Reflexe korrekt zuordnen zu können, waren auch Untersuchungen im CTEM-Modus erforderlich. Der HF-STEM-Modus ist für die Darstellung der δ‘-Phase nicht geeignet, da die δ‘-Partikel eine niedrige Kohärenz zur Matrix aufweisen. Des Weiteren ist die Atomzahldifferenz zwischen Matrix und den δ‘-Phasen nicht ausreichend groß, um einen Kontrast im DF-STEM zu erzeugen.

Pro untersuchtem Zustand wurden mit Hilfe eines Doppelkipphalters mindestens fünf Körner in eine niedrig indizierte ZA gebracht. Von jedem untersuchten Korn wurden mindestens ein Beugungsbild, eine HF- und eine DF-Aufnahme aufgenommen, wobei man sich im DF den Z-Kontrast und im HF den Beugungskontrast zu Nutze gemacht hat. Alle Zustände wurden jeweils in

[001]- und [112]-Zonenachse untersucht. Zur Untersuchung wurden besonders dünne Probenstellen ausgewählt, wobei die Beugungsbilder (SAD) aus einem Bereich mit 0,75 µm Radius stammen.

Das oben genannte TEM ist mit zwei digitalen CCD-Kameras ausgestattet: eine Weitwinkelkamera (1344 x 1024 Pixel) der Firma Hamamatsu Photonics, die sich oberhalb der Beobachtungskammer für Übersichtsbilder befindet und eine UltraScan-Kamera 2048 x 2048 Pixel der Firma Gatan, die unterhalb der Beobachtungskammer installiert ist und für Detailaufnahmen dient. Die Matrixreflexe wurden mittels der oberen CCD-Kamera aufgenommen, die Ausscheidungsreflexe durch die untere CCD-Kamera.

Das JEOL-2200FS verfügt über einen Omega-Filter, so dass alle SAD-Bilder energiegefiltert erzeugt und die Elektronen mit einem Energieverlust von mehr als 10 eV ausgefiltert wurden, da sie ansonsten einen starken Beitrag zur Hintergrundintensität liefern würden (vgl. Abb. 4-8). Die sogenannten Zero-Loss Bilder (d.h. die energiegefilterten Beugungsbilder) sind deutlich kontrastreicher gegenüber den herkömmlichen Beugungsbildern, was sich vor allem in den Bereichen zwischen den starken Matrixreflexen bewährt, in denen Ausscheidungsreflexe erscheinen.

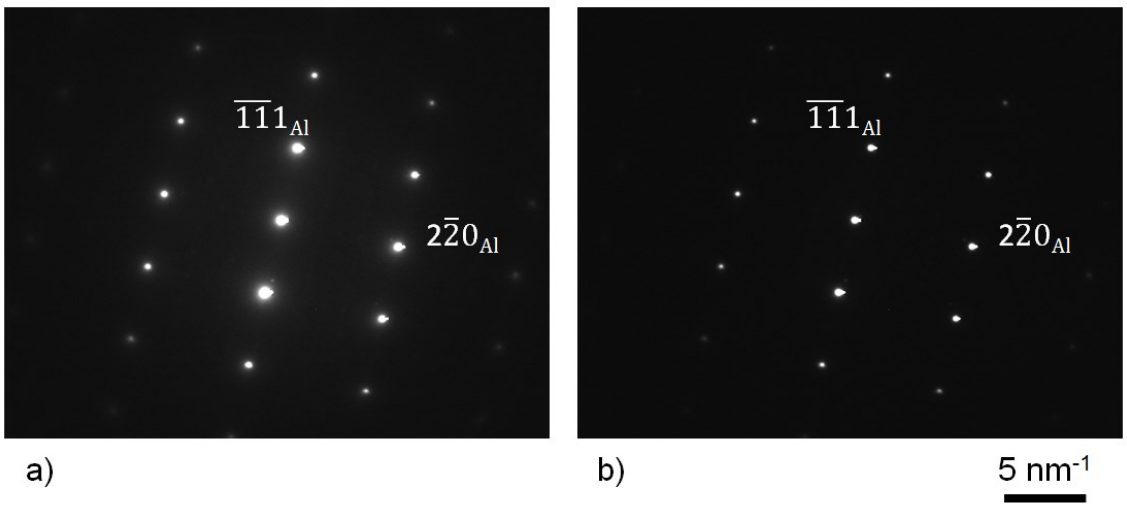


Abb. 4-8: SAD-Bilder ZA $[112]_{Al}$ der Legierung XL01 ohne Energiefilter (a) und energiegefiltert (b)

Alle Phasen, die in den vorliegenden Legierungen zu finden sind, waren im Vorfeld bekannt und wurden bereits in der Vergangenheit charakterisiert,

vgl. z.B. [Wan05], so dass bei der Identifizierung der Phasen keine erneute Charakterisierung erforderlich war, sondern die Phasen durch den Vergleich mit bestehender Literatur identifiziert werden konnten. Simulierte Beugungsbilder bestätigten die Informationen aus der Literatur. Hierzu wurde mit der Software EMS Java, Version V4 von P. Stadelmann [Stad87, Stad04] gearbeitet.

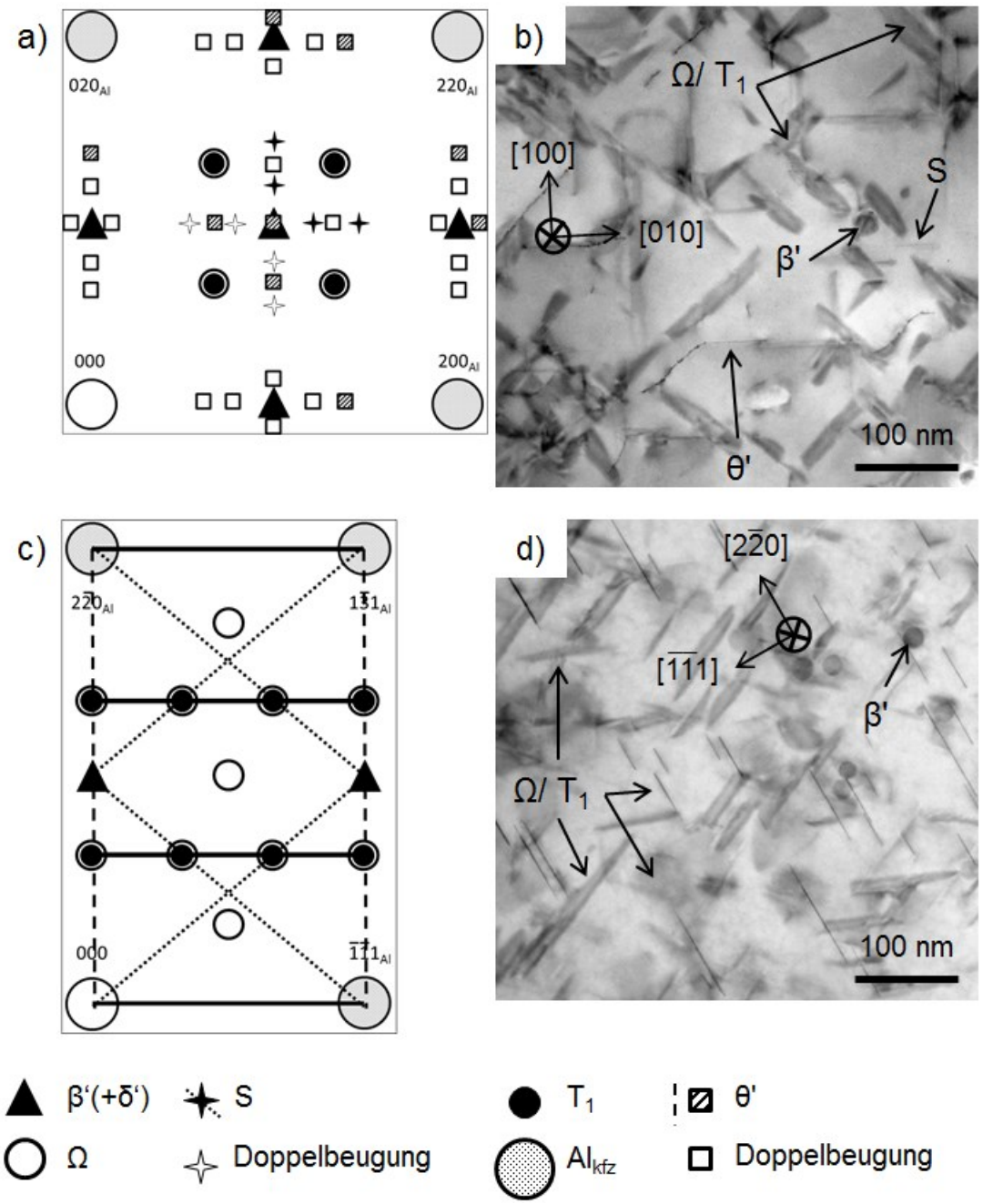


Abb. 4-9: HF-Aufnahme in ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL08 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, S-, β'- und θ'-Phase (b) und zugehörige schematische Darstellung der Beugungsreflexe (a); HF-Aufnahme in ZA $[112]_{Al}$ der Legierung XL08 (153 °C, 24h), mit identifizierter Ω/T1- und β'-Phase

Die HF-Aufnahme der Legierung XL08 in ZA $[001]_{Al}$ (Abb. 4-9 b)) gibt einen Überblick zu allen Phasen, die in den untersuchten Legierungen auftreten können. In ZA $[112]_{Al}$ (Abb. 4-9 d)) sind nur die Ω/T_1- und die β‘-Phase eindeutig zu erkennen. Die Morphologie aller möglichen Phasen wurde bereits in Abb. 2-10 schematisch dargestellt. In Abb. 4-9 a)) ist die schematische Darstellung eines Beugungsbildes in ZA $[001]_{Al}$ und Abb. 4-9 c)) in ZA $[112]_{Al}$ zu sehen. Dargestellt sind die Beugungsreflexe aller Phasen, die in den untersuchten Legierungen auftreten können.

Aufgrund der intensiven Al-Matrix-Reflexe sind die Ausscheidungsreflexe im Beugungsbild schwächer zu sehen. Daher wurde ein qualitativ höherwertiges Bild eines Ausschnitts, der keine Intensität von Matrix-Reflexen auf das Bild bringt und lediglich die Reflexe aller anwesenden Ausscheidungen zeigt, ausgewählt. Das oben genannte Ausfiltern der inelastisch gestreuten Elektronen, die einen Energieverlust von >10 eV erleiden, hilft außerdem dabei, die Ausscheidungsreflexe mit einem erhöhtem Kontrast darzustellen. Die Detailaufnahmen der Ausscheidungsreflexe erleichterten die eindeutige Identifizierung im Vergleich mit simulierten Beugungsbildern. Die Abb. 4-10 zeigt beispielhaft an der Legierung XL08 (153 °C, 24h) von links nach rechts einen Beugungskontrast im HF-STEM, einen Z-Kontrast im DF-STEM und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation sowie einem Detailausschnitt mit besserer Auflösung in [001]-Richtung (obere Bildreihe) und [112]-Richtung (untere Bildreihe).

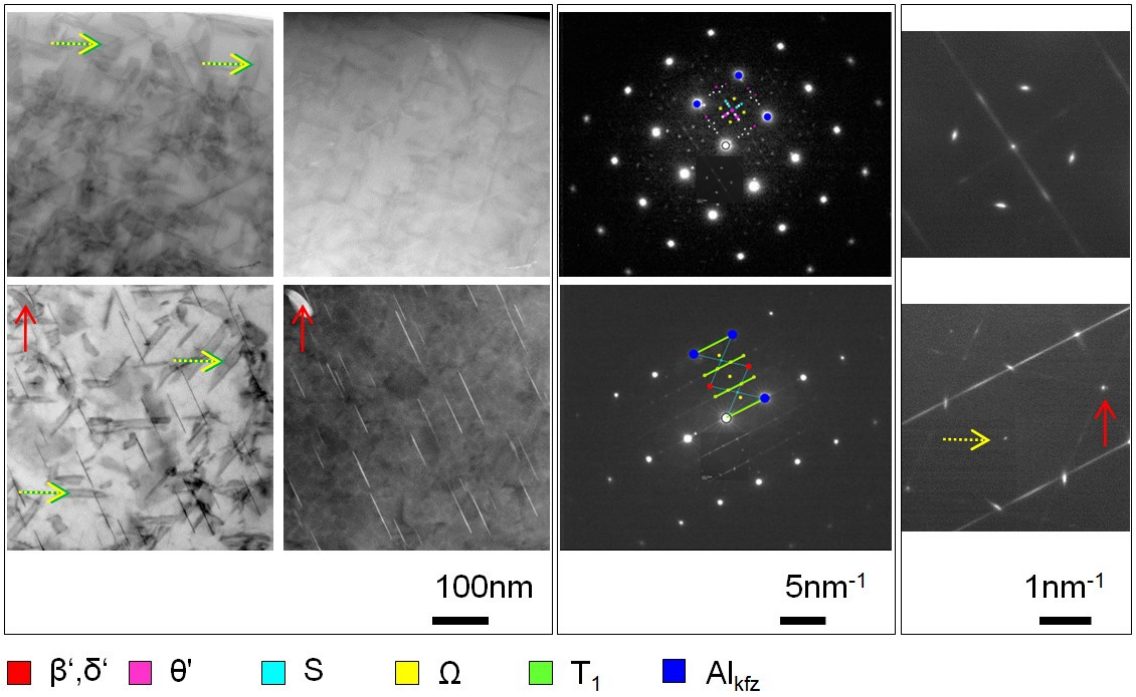


Abb. 4-10: Legierung XL08 (153 °C, 24h) von links nach rechts: BF-STEM mit Beugungskontrast, DF-STEM mit Z-Kontrast und der Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe)

Zur eindeutigen Identifizierung mancher Phasen ist es erforderlich, die Informationen aus den unterschiedlichen Aufnahmemodi zusammenzutragen und vergleichend zu betrachten. Am Beispiel der Legierung XL08 im HF (vgl. Abb. 4-10) sieht man zur Sichtrichtung schräg liegende Varianten der T_1- und Ω-Phase, eine Bildinformation, die wiederum in der zugehörigen DF-Aufnahme nicht zu erkennen ist. Durch die Information über die Morphologie und die weitere Information über die vorliegenden Reflexe im Beugungsbild können die Phasen identifiziert werden.

Speziell in diesem Fall ist die Unterscheidung von T_1- und Ω-Phase mittels der durchgeführten Untersuchungen allerdings nicht einfach. Anhand des Beugungskontrasts ist eine Unterscheidung der beiden Phasen nicht möglich, da sich beide Phasen plattenförmig mit {111}-Habitusebenen bilden (vgl. waagerechte Pfeile in Abb. 4-10). Aufgrund ihrer sehr ähnlichen Kristallstruktur befinden sich ihre Reflexe in den Beugungsbildern auf denselben Stellen und die Streaks in denselben Richtungen. Den einzigen Hinweis auf die Anwesenheit der Ω-Phase liefert ein Reflex im Beugungsbild in ZA $[112]_{Al}$

[Con02], (siehe waagerechter gelber Pfeil in Abb. 4-10). Ein Beugungsbild, das die Existenz der Ω-Phase zeigt, liefert allerdings keine Gewissheit über die Anwesenheit der T_1-Phase. Diese wird in dieser Arbeit aufgrund von Hinweisen aus der Literatur angenommen werden, wie z. B. in [Bou98, Rin95, Rio12].

Ein anderes Beispiel ist die Identifizierung der β‘-Phase. Sowohl in der BF- als auch in der DF-Aufnahme erscheint in der oberen linken Ecke des Bildes (ZA $[112]_{Al}$) eine Ausscheidung (siehe senkrechter Pfeil in Abb. 4-10). Ihrer Morphologie nach zu urteilen könnte es sich um einen Partikel der β‘-Phase handeln. Die Reflexe in den Beugungsbildern, und in diesem Fall insbesondere anhand der Detailaufnahme, liefern die eindeutige Information, dass es sich bei der beobachteten Phase um eine Ausscheidung der β‘-Phase handelt, da beide Bilder aus demselben Bereich stammen. Der weitere Vergleich mit den simulierten Beugungsbildern ergänzt das Bild.

Jeder untersuchte Probenzustand wurde mit derselben Systematik im TEM analysiert, so dass im Folgenden (vgl. Kap. Ergebnisse) darauf verzichtet wird, für jede untersuchte Legierung alle Aufnahmen zu zeigen. Stattdessen werden nur einige repräsentative und charakteristische Bilder dargestellt und die daraus resultierenden Ergebnisse gezeigt.

4.4 Charakterisierung physikalischer, chemischer und mechanischer Eigenschaften

4.4.1 Funkenemissionsspektrometrie

Die chemische Zusammensetzung der untersuchten Legierungszusammensetzungen wurde mit Hilfe eines Funkenemissionsspektrometers OBLF QSG 750R analysiert.

4.4.2 Härteprüfung nach Brinell

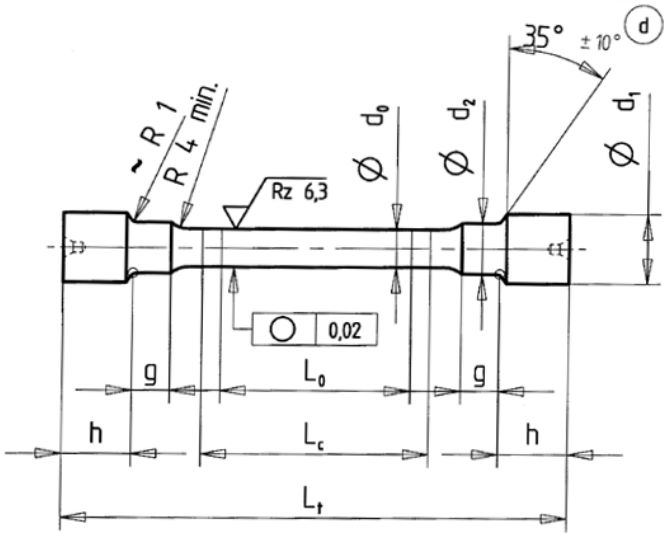
An allen vorliegenden Legierungszuständen wurde mit Hilfe eines Härtemessgeräts vom Typ Dia Testor 2Rc der Otto Wolpert-Werke die Härteprüfung nach Brinell durchgeführt. Hierbei wurde nach DIN EN ISO 6506-1 geprüft und ein Kugeldurchmesser von 2,5 mm sowie eine Prüfkraft von

612,9 N verwendet. Anschließend wurde die Größe des verbleibenden Eindrucks gemessen und die Härte in HBW ermittelt.

4.4.3 Zugversuch

Zur Untersuchung der mechanischen Eigenschaften der stranggepressten Profile bei Raumtemperatur wurden uniaxiale Zugversuche unter Verwendung einer quasistatischen Universalprüfmaschine Zwick Z100 mit der Software Testexpert und einer maximalen Prüfkraft von ±100 kN durchgeführt. Aus den erhaltenen Spannungs-Dehnungs-Diagrammen wurden die Zugfestigkeit R_m, die Dehngrenze $R_{p0,2}$ und die Bruchdehnung bestimmt. Um die Ausprägung der Richtungsabhängigkeit der Eigenschaften im Profil ermitteln zu können, wurden Zugstäbe der L- und LT-Richtung entnommen.

Geprüft wurde nach DIN EN ISO 6892-1. Die zu prüfenden Proben (vgl. Abb. 4-11) werden aus den stranggepressten und warmausgelagerten Profilen gemäß DIN 50125 zerspanend gefertigt.



d_o = Probendurchmesser
d_1 = Kopfdurchmesser (~ 1,75 d_o)
d_2 = Durchmesser des Ansatzes (~ 1,2 D_o)
g = Länge des Ansatzes (~ d_o)

h = Kopfhöhe (~ d_o + 5 mm)
L_o = Anfangsmesslänge (L_o = 5 d_o)
L_c = Versuchslänge ($L_c \geq L_o + d_o$)
L_t = Gesamtlänge

Kennbuchstabe	d_o	L_o	d_1 min.	d_2	g	h min.	L_c min.	L_t min.	Rohlingsmaße	CNC
B2	5	25	9	6	5	8	30	65	10x10x64	3

Abb. 4-11: Probengeometrie der Rundstäbe in L- und LT-Richtung gemäß DIN 50125

5 Darstellung der experimentellen Ergebnisse

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit soll der Einfluss der Legierungselemente auf die gebildeten Phasen in der Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften von Al-Li-X-Legierungen untersucht werden. Hierzu wurden sechs verschiedene Versuchslegierungen und eine Referenzlegierung mit Hilfe von LiMi, REM und TEM sowie mechanischen Zugversuchen vergleichend untersucht.

5.1 Versuchslegierungen und thermodynamische Berechnungen

Vor dem Hintergrund einer ausführlichen Literatur- und Patentrecherche wurden durch systematische Variation der Cu-, Li-, Ag-, Si- und Mg-Gehalte Versuchslegierungsvarianten aufgestellt. Die Legierung XL10 ist eine bekannte Zusammensetzung der Legierung AA2050 und dient als Referenzlegierung.

Im Anschluss wurden thermodynamische Simulationsrechnungen zu den in Abhängigkeit von Temperatur und Legierungszusammensetzung (im Gleichgewichtszustand) auftretenden Phasen und ihren Gehalten durchgeführt. Da mit Hilfe der Software FactSage$^{TM\ 6.4}$ © nur das thermodynamische Gleichgewicht berechnet werden kann, können aus dem Simulationsergebnis nur die Informationen abgeleitet werden, welche stabilen Phasen abhängig von der Legierungszusammensetzung und der Temperatur auftreten und zu welchen Anteilen sie sich bilden. Metastabile Phasen werden in der Simulation nicht abgebildet. Die Simulationsrechnung dient daher nur als Baustein, um ein Gefühl für den Einfluss einzelner Legierungselemente zu bekommen, und kann nicht als alleiniges Bewertungstool verwendet werden.

Abb. 5-1 zeigt die thermodynamische Berechnung der Referenzlegierung XL10 über einen variierenden Cu-Gehalt von 3,2-4,5 Gew.% und unter der Annahme, dass die Legierung 0,04 Gew.% Fe als Verunreinigung enthält. Anhand der Simulation der Referenzlegierung (mit 1,0 Gew.% Li und 3,5 Gew.% Cu) ist beispielhaft zu sehen, dass bei einer Li-Zugabe von 1,0 Gew.% maximal 3,5 Gew.% Cu gelöst wird (gestrichelte Linie).

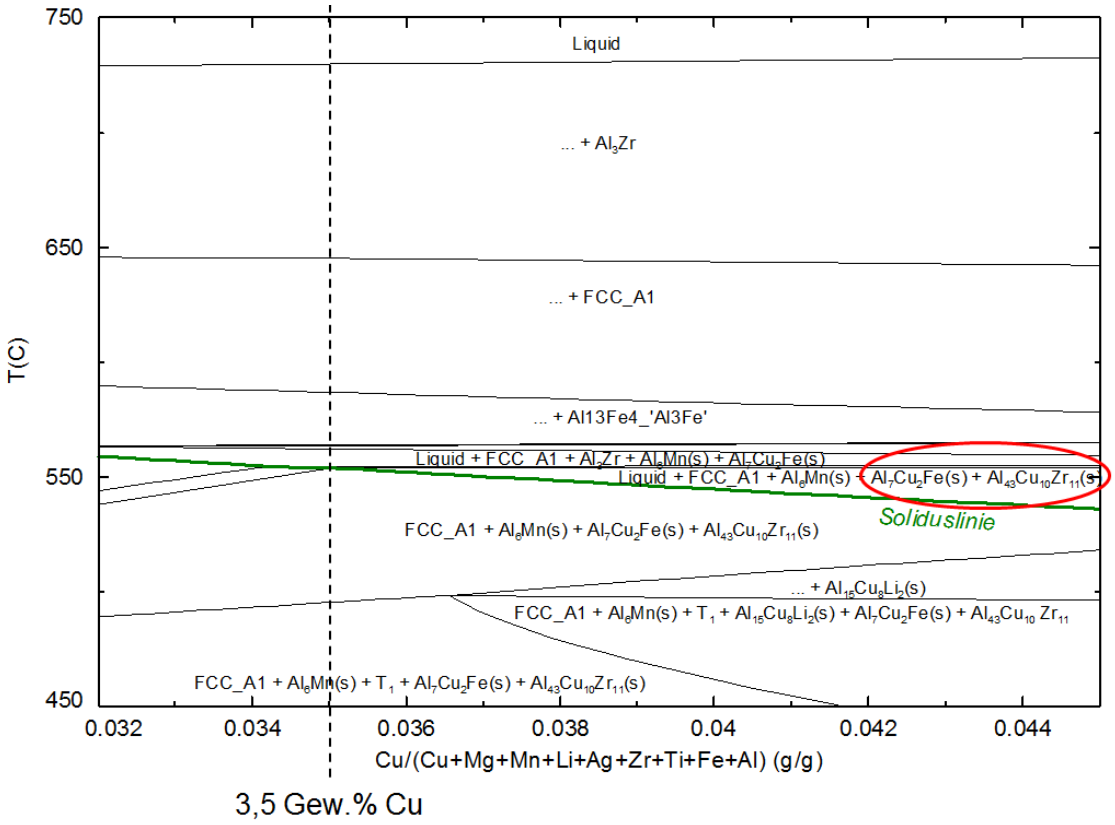


Abb. 5-1: Thermodynamische Berechnung (Tool: Phas Diagram) mittels FactSage der Referenzlegierung XL10 über einen variierenden Cu-Gehalt von 3,2-4,5 Gew.%

Wird die Löslichkeitsgrenze bzw. Soliduslinie überschritten, bilden sich unlösliche Cu-haltige Phasen (z.B. Al_7Cu_2Fe, $Al_{43}Cu_{10}Zr_{11}$). In Anlehnung an die Referenzlegierung XL10 wurde für die Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11 und XL14 ein Cu/Li-Verhältnis von 3,5 gewählt. In der Versuchslegierung XL13 wurde durch einen erhöhten Cu-Gehalt (bei einem gleichbleibenden Li-Gehalt) bewusst die angenommene Löslichkeitsgrenze überschritten, um die in der Theorie simulierte Auswirkung praktisch untersuchen zu können (vgl. Tabelle 5-1).

Abb. 5-2 zeigt die thermodynamische Berechnung der Versuchslegierung XL11 über einen variierenden Mg-Gehalt von 0,3-1,3 Gew.%. Laut dem Simulationsergebnis bildet sich ab einem Mg-Gehalt von ~1 Gew.% die S-Phase (Al_2CuMg). Durch die systematische Erhöhung des Mg-Gehalts auf 1,2 Gew.% soll mit den Versuchslegierungen XL11, XL13 und XL14 die Möglichkeit auf eine weitere Festigkeitssteigerung durch Ausscheidung der S-Phase (Al_2CuMg) untersucht werden.

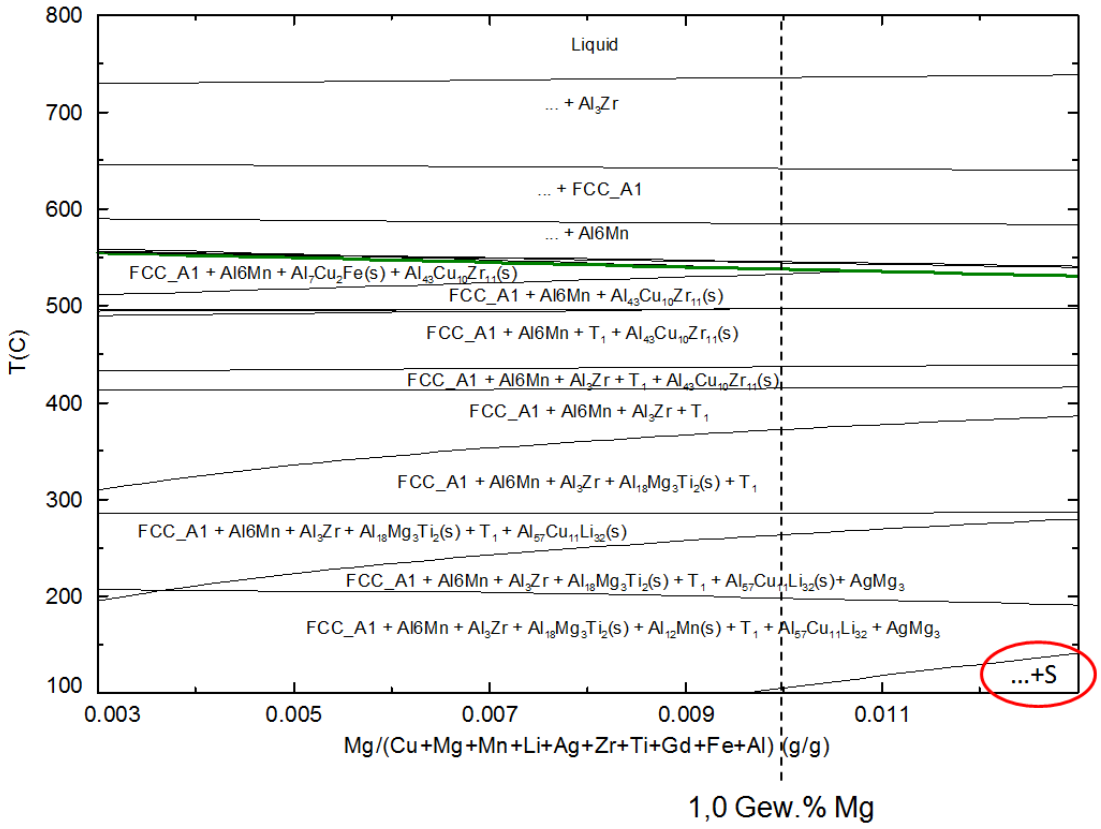


Abb. 5-2: Thermodynamische Berechnung mittels FactSage der Versuchslegierung XL11 über einen variierenden Mg-Gehalt von 0,3-1,3 Gew.%

Um den Einfluss des Legierungselements Ag zu untersuchen, werden in der vorliegenden Arbeit Ag-freie, mit 0,5 Gew.% Ag-haltigen Legierungen verglichen (XL01 mit XL02 und XL11 mit XL14). Abb. 5-3 zeigt beispielhaft eine Equilib-Berechnung der Ag-freien Legierung XL01. Dargestellt ist der Bereich von 0 bis zu 8 Gew.% Phasenanteile, die in einem Temperaturfenster von 100-800 °C auftreten. Dieser Ausschnitt dient zunächst dazu, sich einen Überblick über die Anteile der einzelnen Phasen zu verschaffen. Phasenanteile über 8 Gew.% kommen nur im Mischkristall (FCC#1) und der Flüssigphase (Liquid) vor. Die Equilib-Berechnung zeigt, dass um 450 °C die T_1-Phase ausscheidet, die bei 250 °C mit Maximalanteilen von 6,7 Gew.% vorliegt und sich mit weiterer Abkühlung, dem thermodynamischen Gleichgewicht folgend, theoretisch in die T_2-Phase (hier: $Al_{57}Cu_{11}Li_{33}$-Phase) umwandelt. Die T_2-Phase liegt laut Simulation bei 100 °C mit 7,3 Gew.% vor.

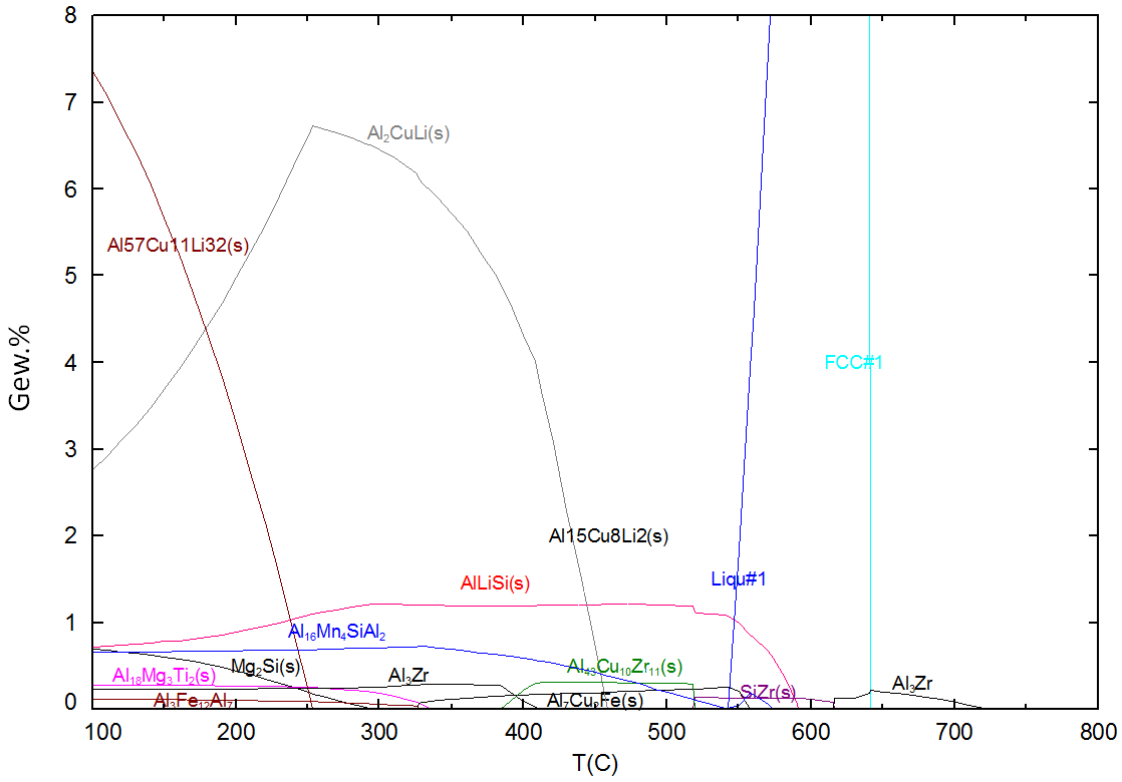


Abb. 5-3: Thermodynamische Berechnung (Equilib) mittels FactSage der Versuchslegierung XL01, Auftragung der Phasengehalte bis zu 8 Gew.% innerhalb eines Temperaturbereichs von 100-800 °C

Die meisten Phasenanteile kommen jedoch in Gehalten kleiner als 2 Gew.% vor, so dass für ihre Darstellung ein weiterer Ausschnitt der Abb. 5-3 gewählt wurde, vgl. Abb. 5-4.

Vergleicht man diese Berechnung der Ag-freien Legierung XL01 mit der der Ag-haltigen Legierung XL02 (Abb. 5-5), wird deutlich, dass die thermodynamischen Berechnungen außer dem Auftreten der Phase $AgMg_3$ keinen Hinweis auf den Einfluss des Legierungselements Ag geben. Das Auftreten der $AgMg_3$-Phase ist in jeder Hinsicht der einzige Unterschied, den die thermodynamische Simulationsrechnung abbildet. Die genannte Phase $AgMg_3$ ist für die Legierungsbildung im Gleichgewicht nicht relevant und ist auch allgemein in der Literatur nicht wiederzufinden. Die aus der Literatur bekannte festigkeitssteigernde Wirkung dieses Legierungselements spiegelt sich nicht in den vorliegenden Simulationsergebnissen wider. Vor diesem Hintergrund soll die vergleichende Untersuchung der mechanischen Eigenschaften und der

Mikrostruktur einer Ag-haltigen gegenüber einer Ag-freien Legierung mehr Aufschluss über die Wirkungsweise von Ag bringen.

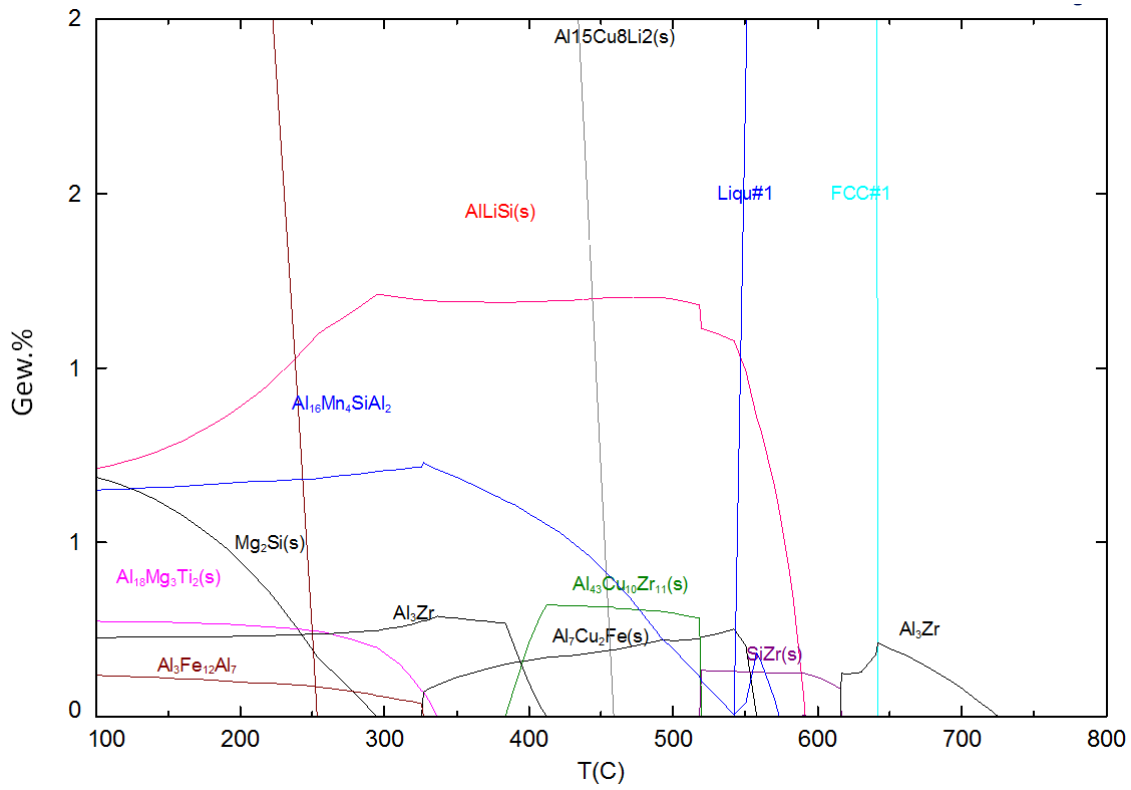


Abb. 5-4: Thermodynamische Berechnung (Equilib) mittels FactSage der Versuchslegierung XL01, Auftragung der Phasengehalte bis zu 2 Gew.% innerhalb eines Temperaturbereichs von 100-800 °C

Des Weiteren deuten die thermodynamischen Berechnungen der Si-haltigen Legierungen XL01 und XL02 auf Vorerstarrungen von Si-haltigen Phasen hin. Gemäß der Berechnungen kommen in der Legierung XL01 bereits vor dem Erreichen der Solidustemperatur von 540 °C theoretisch die Phasen SiZr und AlLiSi vor (Abb. 5-6), wobei AlLiSi bei 100 °C noch mit Anteilen von 0,7 Gew.% vorliegt und sich die SiZr-Phase vor 500 °C wieder auflöst (Abb. 5-5).

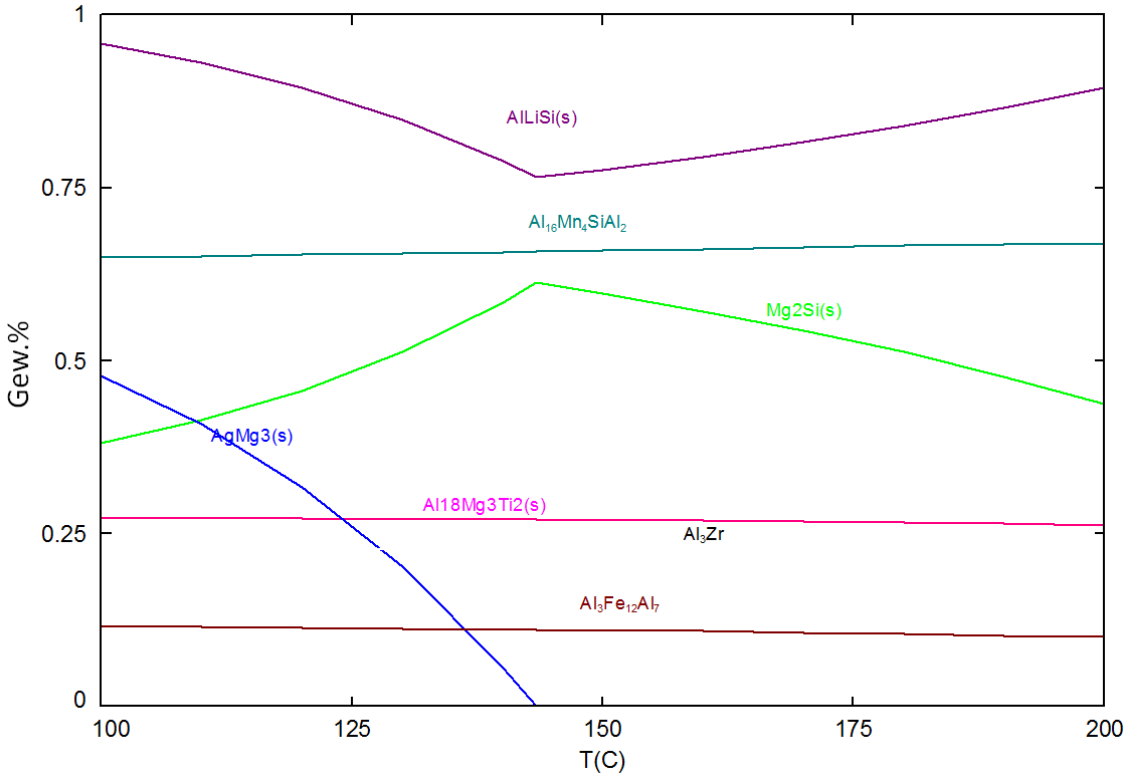


Abb. 5-5: Thermodynamische Berechnung (Equilib) mittels FactSage der Versuchslegierung XL02, Auftragung der Phasengehalte bis zu 1 Gew.% innerhalb eines Temperaturbereichs von 100-200 °C

Durch den Vergleich einer Si-haltigen Legierung (XL01) mit einer Si-freien Legierung (XL08) soll der Einfluss von Si im Versuch analysiert werden. Aus den 6xxx-Systemen ist die festigkeitssteigernde Wirkung der Mg_2Si-Phase bekannt. Die Simulationsergebnisse der Legierungen XL01 und XL02 zeigen jedoch, dass sich diese Phase erst bei 300 °C bildet und bei 100 °C mit Gehalten von 0,7 Gew.% vorliegt. Dies deutet zunächst nicht auf das erhoffte analoge Ausscheidungsverhalten zu den 6xxx-Legierungen hin. Metastabil ist das erhoffte Ausscheidungsverhalten jedoch nicht auszuschließen, weshalb der Einfluss von Si durch den Vergleich von 0,5 Gew.% Si-haltigen Versuchslegierungen mit Si-freien Versuchslegierungen weiter untersucht werden soll.

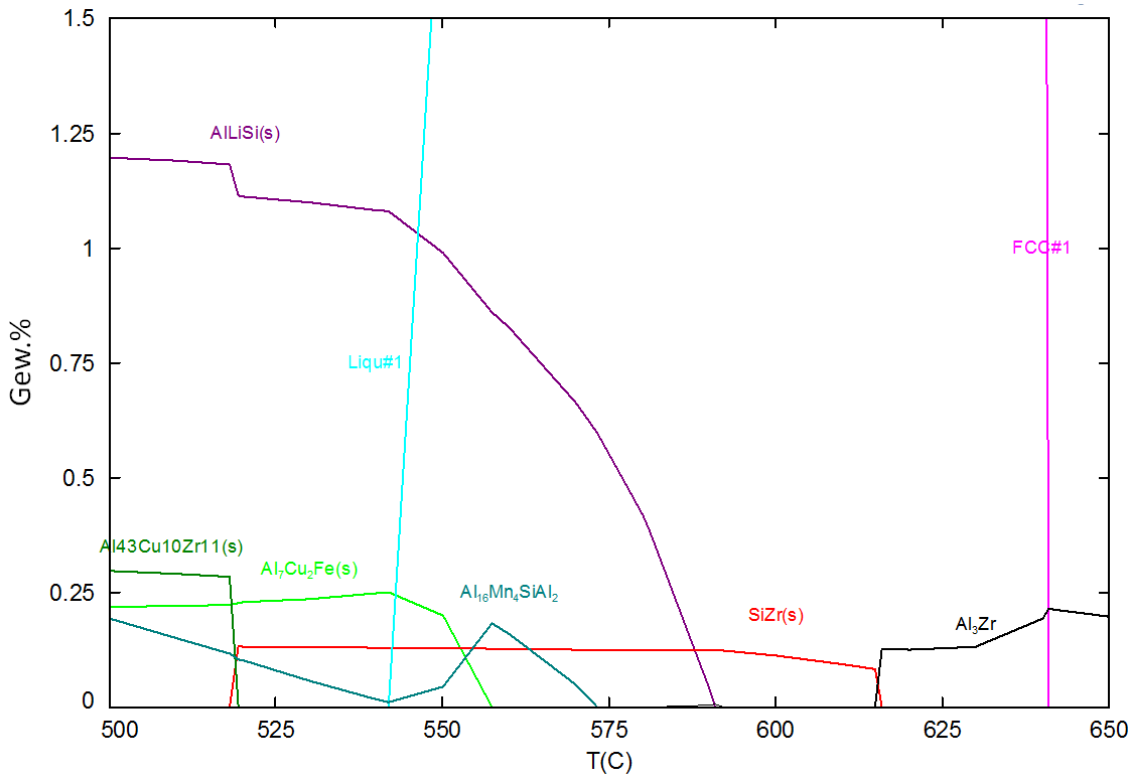


Abb. 5-6: Thermodynamische Berechnung (Equilib) mittels FactSage der Versuchslegierung XL02, Auftragung der Phasengehalte bis zu 1,5 Gew.% innerhalb eines Temperaturbereichs von 500-650 °C

Durch den Erkenntnisgewinn aus den thermodynamischen Simulationsrechnungen kristallisierten sich sechs präzisierte Legierungsvarianten heraus, die zusammen mit der Referenzlegierung XL10 zunächst gegossen und nach dem Strangpressen weiter untersucht wurden:

Tabelle 5-1: Matrix der Versuchslegierungen (Soll-Zusammensetzung)

	chem. Zusammensetzung [Gew.-%]									
Versuchs-legierung	**Cu**	**Mg**	**Mn**	**Li**	**Ag**	**Si**	**Zr**	**Ti**	**Begleitelemente**	
									einzeln	Summe
XL01	3,5	0,5	0,2	1,0	-	0,6	0,12	0,04	0,05	0,15
XL02	3,5	0,5	0,2	1,0	0,4	0,6	0,12	0,04		
XL08	3,5	0,5	0,2	1,0	-	-	0,12	0,04		
XL10	3,5	0,3	0,4	1,0	0,4	-	0,10	0,04		
XL11	3,5	1,2	0,2	1,0	0,4	-	0,12	0,04		
XL13	4,5	1,2	0,2	1,0	0,4	-	0,12	0,04		
XL14	3,5	1,2	0,2	1,0	-	-	0,12	0,04		

Die chemischen Analysen mittels Funkenspektrometer bestätigen am Anfang des Gussbolzens (später im Prozess dann Strangende) die folgende Zusammensetzung der Versuchslegierungen:

Tabelle 5-2: Chemische Ist-Zusammensetzungen der Versuchslegierungen am Gussanfang (im Kern)

	chem. Zusammensetzung [Gew.-%]											
Versuchs-legierung	**Cu**	**Mg**	**Mn**	**Li**	**Ag**	**Si**	**Zr**	**Ti**	**Fe**	**Cr**	**Ni**	**Sc**
XL01	3,4	0,5	0,2	0,9	0,0	0,7	0,11	0,04	0,06	0	0,01	0,0001
XL02	3,5	0,5	0,2	0,9	0,5	0,7	0,11	0,04	0,06	0	0,01	0,0001
XL08	3,5	0,5	0,2	0,9	0,0	0,0	0,11	0,04	0,06	0	0,01	0,0001
XL10	3,5	0,3	0,4	0,9	0,5	0,0	0,09	0,04	0,06	0	0,01	0,0001
XL11	3,5	1,1	0,2	0,9	0,5	0,0	0,12	0,04	0,06	0	0,01	0,0001
XL13	4,4	1,1	0,2	1,0	0,5	0,0	0,11	0,04	0,06	0	0,01	0,0001
XL14	3,4	1,1	0,2	1,0	0,0	0,0	0,11	0,04	0,06	0	0,01	0,0001

5.2 Gefüge im Gusszustand

Die Bolzen aller neu entwickelten Legierungen weisen nach der Herstellung mittels Kokillenguss eine gleichmäßige Gussoberfläche auf. Bei allen untersuchten Legierungen ist das Gefüge jedoch nicht homogen über die Blocklänge verteilt. Am Bolzenanfang liegt ein deutlich feineres Gefüge vor als am Gussende. Die Blockseigerung ist verfahrensbedingt auf die ungleichmäßige Wärmeabfuhr im Labormaßstab zurückzuführen. Durch den Vergleich von Abb. 5-7 a) mit Abb. 5-7 b) wird der Unterschied in der Korngröße ersichtlich. Am Gussanfang der Legierung XL08 wurde in Abb. 5-7 a) eine mittlere Korngröße von ca. 100 µm bestimmt, wohingegen am Gussende in Abb. 5-7 b) eine mittlere Korngröße von ca. 170 µm ermittelt wurde. Da dieser Effekt auch im Makroschliff der Profilabschnitte (vgl. Abb. 5-9) wiederzufinden ist und angenommen wird, dass sich die heterogene Gefügeausbildung auf eine ungleichmäßige Ausprägung der mechanischen Eigenschaften auswirkt, wurden zur Vergleichbarkeit der Ergebnisse in der vorliegenden Arbeit alle Proben zu den durchgeführten Untersuchungen ausschließlich im Kern des Gussanfangs entnommen.

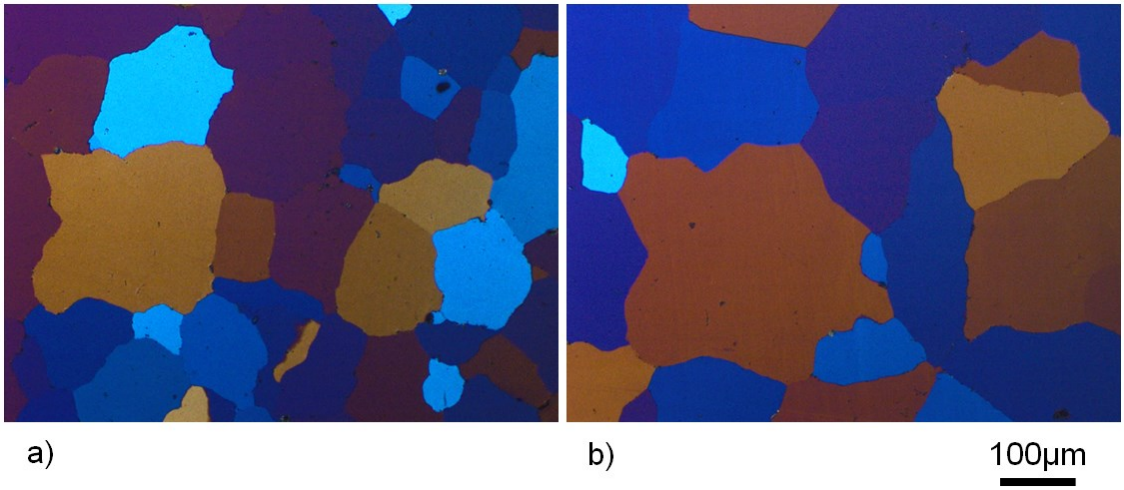


Abb. 5-7: LiMi-Aufnahme eines Gussgefüges vom Querschliff der Legierung XL08. Der Gussanfang (a) zeigt deutlich feinere Körner als das Gussende (b) (Barker-Ätzung.)

Mikroskopisch betrachtet, zeigen die Querschliffe der Si-haltigen Legierungen XL01 und XL02 eine sehr ähnliche Mikrostruktur im Gusszustand, weshalb in Abb. 5-8 a) das Gussgefüge der Legierung XL01 repräsentativ für beide Legierungen dargestellt ist. Dieses weist eine mittlere Korngröße von ca. 80 µm auf und ist im homogenisierten Zustand durch Primär- und Sekundärausscheidungen an den Korngrenzen, die in der Literatur unter der sogenannten „Chinesenschrift“ bekannt sind [Kam09], gekennzeichnet.

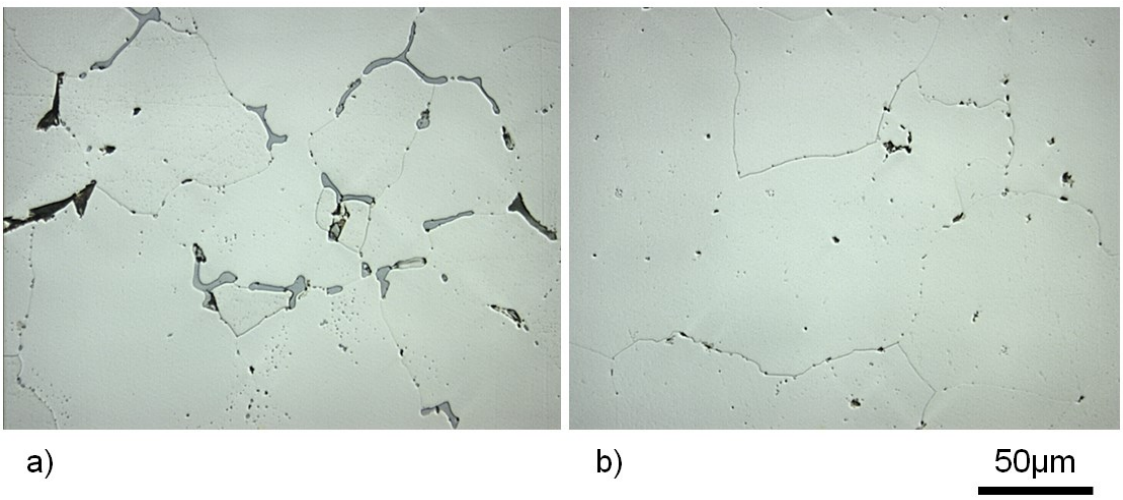


Abb. 5-8: LiMi- Aufnahmen eines geätzten Gussgefüges vom Querschliff der Legierungen XL01 (a) mit groben Primärerstarrungen an den Korngrenzen und XL08 (b), in dem keine groben Phasen vorliegen, (Dix-Keller-Ätzung).

Das Gefüge der Versuchslegierungen XL08, XL11, XL13 und XL14 weist deutlich weniger Ausscheidungen und keine groben Primärphasen an den

Korngrenzen auf, es ähnelt der Mikrostruktur der Referenzlegierung XL10. Abb. 5-8 b) zeigt eine repräsentative Aufnahme der Versuchslegierung XL08 für die beschriebene Gefügeausbildung in den Legierungen XL10, XL11, XL13 und XL14. In Abb. 5-8 b) beträgt die mittlere Korngröße ca. 90 µm.

5.3 Gefüge im stranggepressten Zustand

5.3.1 Makroskopische Gefügeuntersuchung

Makroskopisch betrachtet zeigen die Querschliffe der stranggepressten Profile aller untersuchten Legierungen am Profilanfang (= Gussende) ein gröberes Gefüge als am Profilende (= Gussanfang). In der repräsentativen Aufnahme eines geätzten Makro-Querschliffs der Legierung XL14 (vgl. Abb. 5-9) wird der beschriebene Unterschied in der Gefügeausbildung ersichtlich.

Abb. 5-9: Geätzte Makro-Querschliffe der Legierung XL14 vom Stranganfang mit feinem Gefüge (unten) und dem Strangende mit gröberem Gefüge (oben).

5.3.2 Gefügeuntersuchung im Lichtmikroskop (LiMi)

Des Weiteren wurde an den stranggepressten Profilen aller Versuchslegierungen das Mikrogefüge am Längs- und Querschliff untersucht. Die lichtmikroskopischen Aufnahmen des geätzten Gefüges im Längsschilff (vgl. Abb. 5-10 a) und b)) zeigen ein nicht rekristallisiertes, zeiliges Gefüge aus

langgestreckten Körnern parallel zur Strangpressrichtung (L). Der Querschliff (LT-ST-Ebene, vgl. Abb. 5-10 c) und d)) zeigt ein globulitisches Gefüge aus homogen verteilten, nahezu gleich großen Körnern. Die mittlere Korngröße wurde hierzu an den nach Dix und Keller geätzten Gefügen ermittelt (vgl. Abb. 5-12), da nach diesem Ätzverfahren die Korngrenzen eindeutiger aufgezeigt werden.

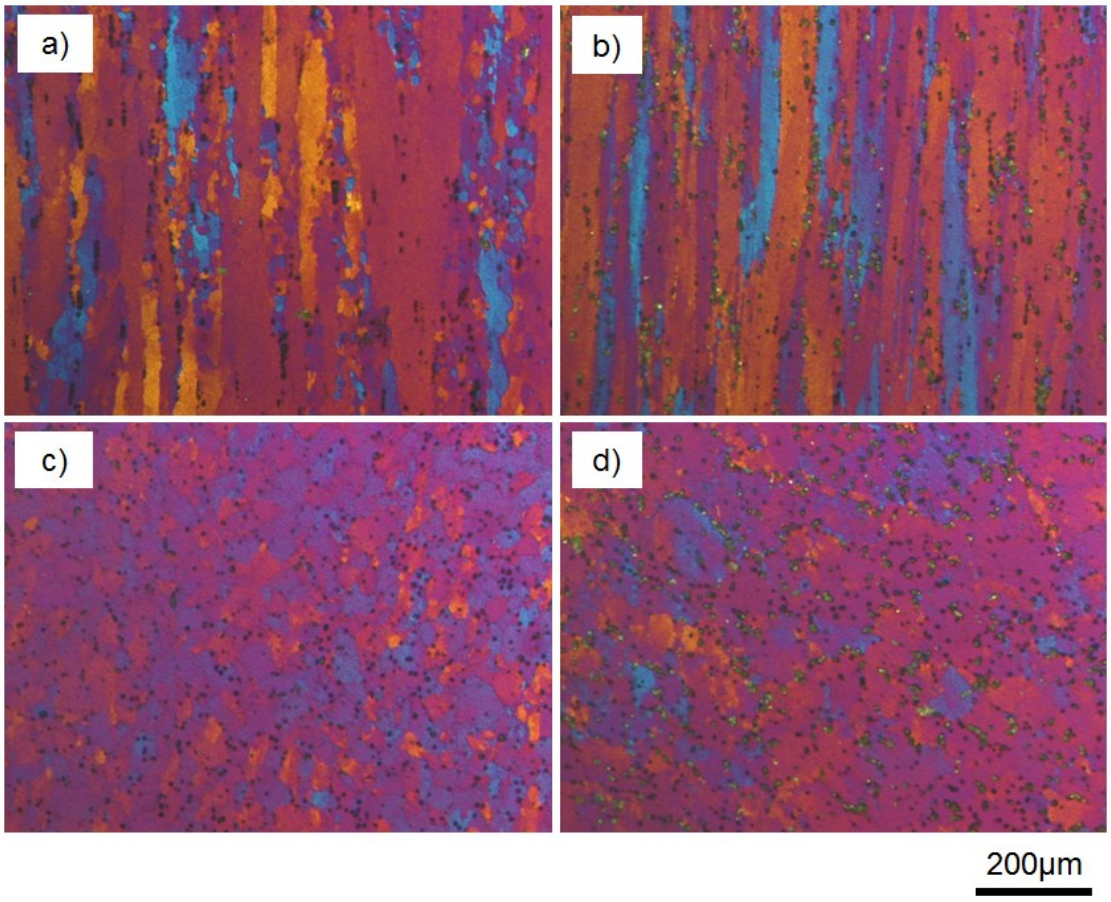


Abb. 5-10: Längsschliffe (a,b) und Querschliffe (c,d) eines nicht rekristallisierten Mikrogefüges der Legierung XL08 ohne grobe Ausscheidungen (a,c) und XL02 mit groben Ausscheidungen (b,d) (Barker-Ätzung)

Repräsentativ für die Mikrostruktur in den Si-haltigen Versuchslegierungen XL01 und XL02 ist in Abb. 5-10 b) und d) das gebarkerte Gefüge der Legierung XL02 dargestellt. Beim Vergleich zwischen dem Gefüge der Si-haltigen Legierung XL02 und dem Gefüge der Si-freien Legierung XL08 (vgl. Abb. 5-10 a) und c)) werden in XL02 vor allem unter polarisiertem Licht grobe (~ 5-10µm), hier grün erscheinende Primärphasen deutlich. Vermutlich handelt es

sich um Si-haltige Vorerstarrungen, da das Gefüge der Si-freien Legierungen keine dieser groben Ausscheidungen aufweist.

Das Gefüge der Legierungen XL11, XL13 und XL14 mit einem erhöhten Mg-Gehalt von 1,1 Gew.% weist ebenfalls viele Primärphasen auf (vgl. Abb. 5-11 a)). Dies wird insbesondere beim Vergleich der Mikrostruktur einer solchen Legierung mit der Referenzlegierung (vgl. Abb. 5-10 b)) oder auch der Versuchslegierung XL08 deutlich, die frei von gröberen Ausscheidungen ist.

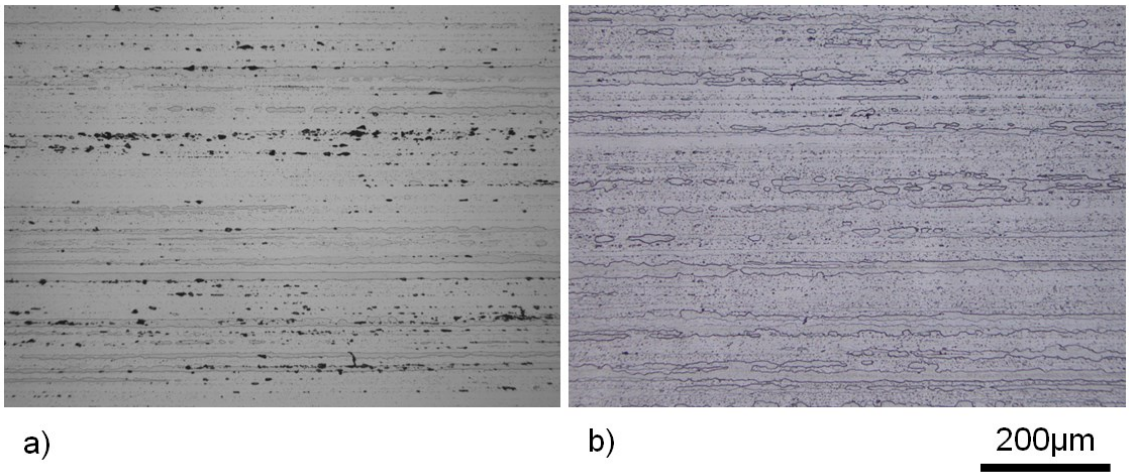


Abb. 5-11 LiMi-Aufnahmen von geätzten Längsschliffen der stranggepressten Profile der Legierungen XL13 (a) mit groben Primärerstarrungen an den Korngrenzen und XL10 (b) ohne grobe Phasen, (Dix-Keller-Ätzung).

Des Weiteren wurde das Mikrogefüge ausgesuchter Zustände am Längsschliff eines LT-Zugstabes untersucht. Dies sollte zusammen mit späteren Untersuchungsergebnissen mögliche Hinweise auf einen Zusammenhang zwischen dem ausgebildeten Mikrogefüge und der Rissbildung bzw. den Zugversuchskennwerten geben. Der lichtmikroskopische Vergleich des geätzten Gefüges der Si-freien Legierung XL08 (vgl. Abb. 5-12 a)) mit der Si-haltigen Legierung XL02 (vgl. Abb. 5-12 b)) zeigt auch hier grobe Phasen an den Korngrenzen in der Mikrostruktur der Si-haltigen Legierung XL02.

An beiden Gefügeaufnahmen (vgl. Abb. 5-12 a) und b)) wurde eine mittlere Korngröße von ~ 15 µm ermittelt.

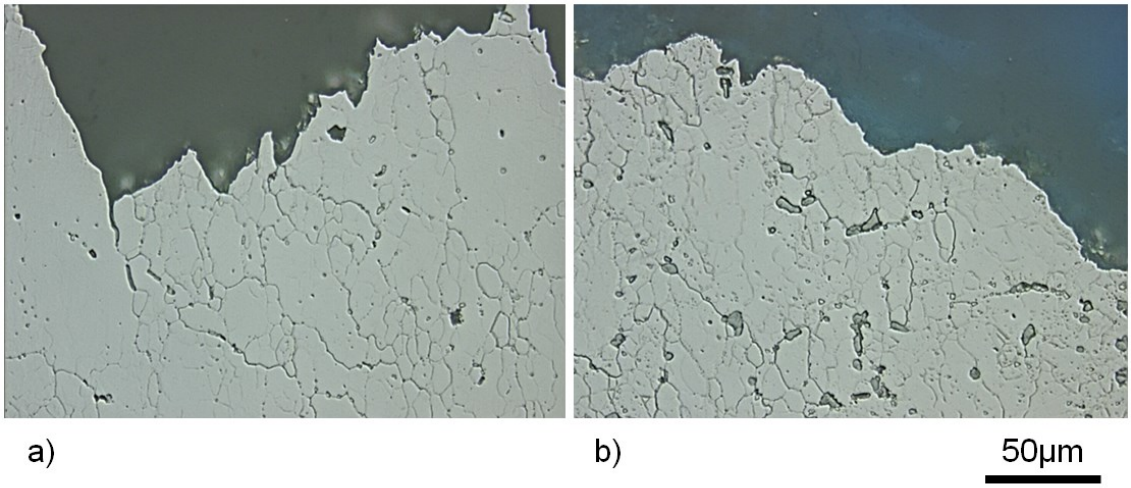


Abb. 5-12: Geätzte Mikrogefüge vom Längsschliff eines LT-Zugstabs Si-freier Legierung XL08 ohne grobe Ausscheidungen (a) und der Si-haltigen Legierung XL02 mit groben Phasen an den Korngrenzen (b) (Dix-Keller-Ätzung).

5.3.3 Gefügeuntersuchung im Rasterelektronenmikroskop (REM)

Zur Identifizierung der im Mikroschliff bereits sichtbaren (groben) Phasen wurde das Gefüge der Legierung XL02 im REM untersucht. Durch Fraktografie am Längsschliff eines LT-Zugstabes der Si-haltigen Legierung XL02 (vgl. Abb. 5-13 b)) wird deutlich, dass die Korngrenzen der Legierungen XL02 mit 2-5 µm groben Phasen (siehe Pfeil) belegt sind. Die Korngrenzen der Si-freien Legierung XL08 (vgl. Abb. 5-13 a)) sind, wie auch der Mikroschliff gezeigt hat (vgl. Abb. 5-12), frei von groben Phasen.

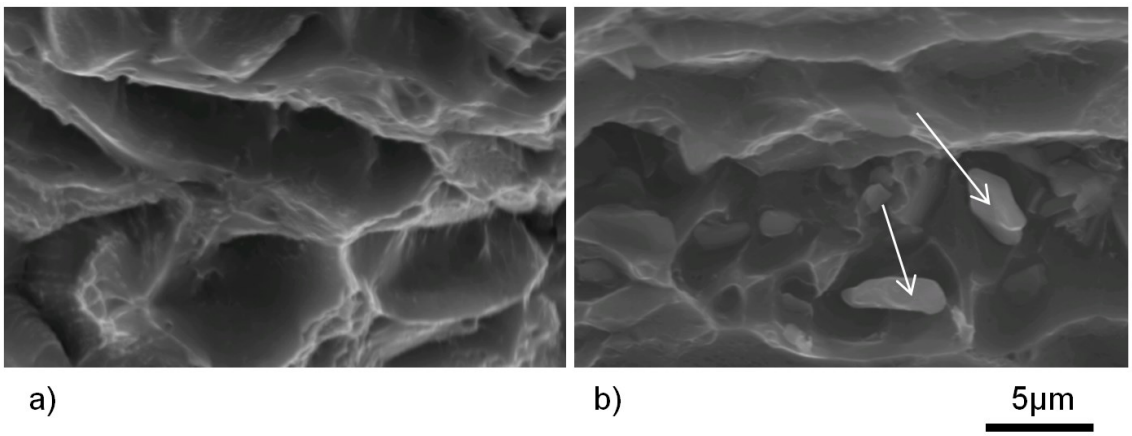


Abb. 5-13: REM-Aufnahmen der Bruchfläche eines LT-Zugstabs der Si-freien Legierung XL08 ohne grobe Ausscheidungen (a) und der Si-haltigen Legierung XL02 mit groben Phasen an den Korngrenzen (siehe Pfeil), (b)

Abb. 5-14 zeigt eine REM-Aufnahme vom Längsschliff eines Zugstabes der Legierung XL02 mit ca. 2-5 µm großen Phasen. EDX-Messungen an den Ausscheidungen (siehe Pfeil) bestätigen, dass es sich um Al-Cu-Si-Partikel handelt. Darüber hinaus verdeutlicht diese Aufnahme die rissauslösende Wirkung der groben Gefügebestandteile. Der Riss setzt sich entlang der Korngrenze fort.

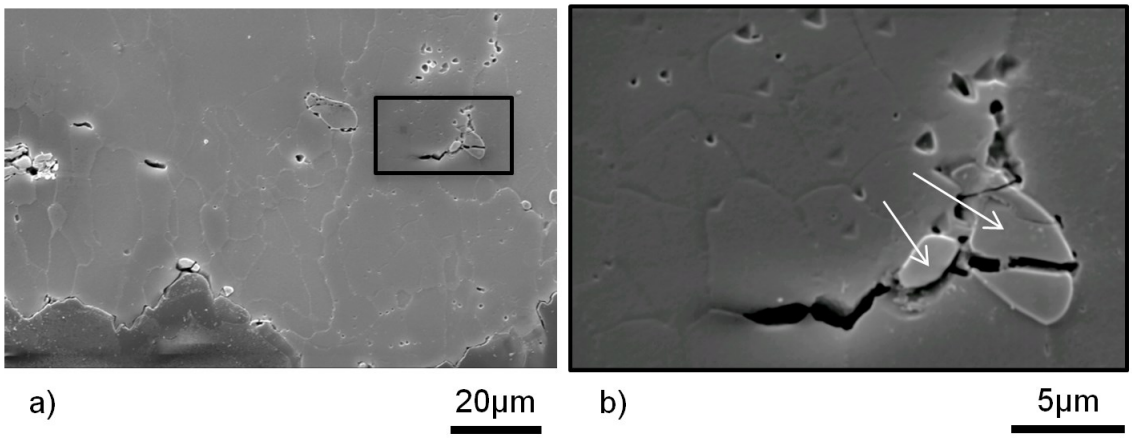
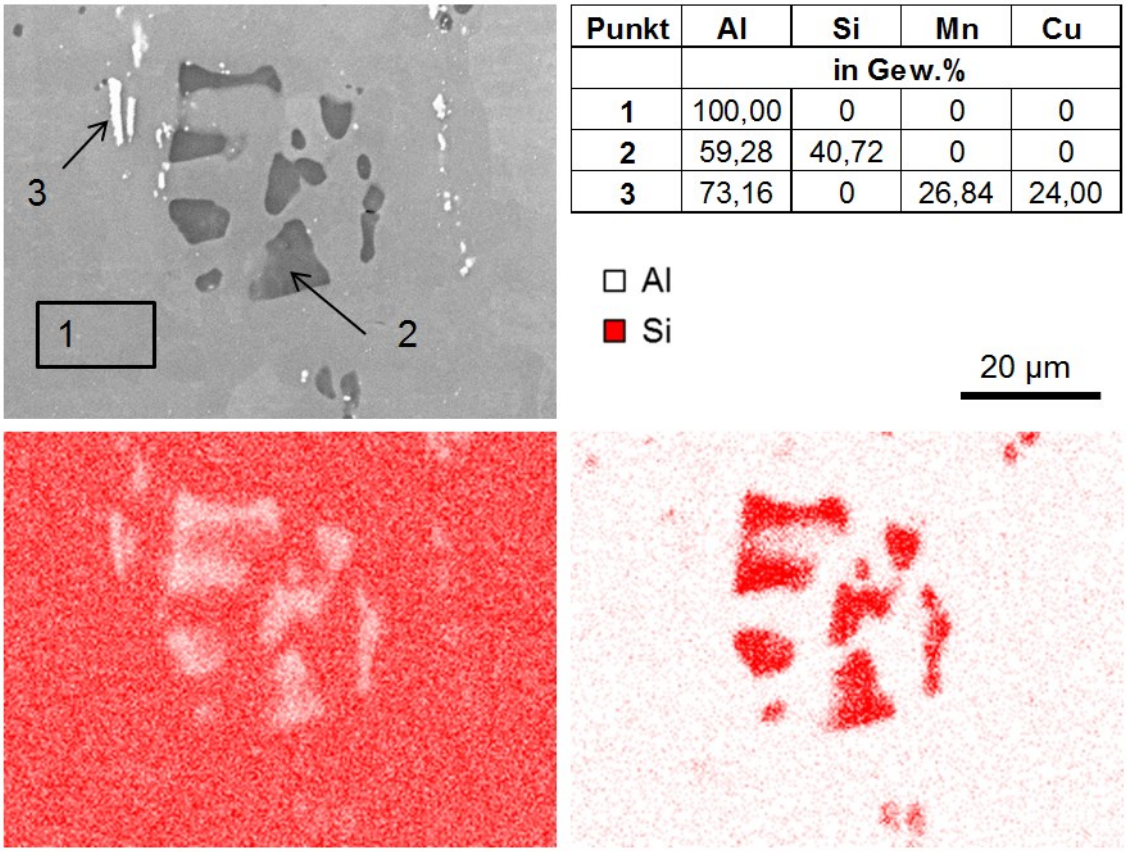


Abb. 5-14: REM-Aufnahmen vom Längsschliff eines LT-Zugstabs der Legierung XL02 zeigen grobe Al-Cu-Si-Partikel (siehe Pfeile) mit Rissbildung entlang der Korngrenze

An einer weiteren REM-Aufnahme (vgl. Abb. 5-15) werden zunächst zwei unterschiedliche Ausscheidungstypen deutlich: gröbere, ca. 5-10 µm große rundliche Ausscheidungen (Messpunkt 2) und feinere, ca. 1-5 µm große länglichere Ausscheidungen (Messpunkt 3). Ein Mapping über den ausgewählten Probenbereich bestätigt, dass die groben Phasen (Messpunkt 2) Si-reich sind. In den feineren Ausscheidungen wurde Al, Mn und Cu identifiziert. Durch die Analyse von Messbereich 1 konnte kein Si in der Matrix nachgewiesen werden.



Punkt	Al	Si	Mn	Cu
	in Gew.%			
1	100,00	0	0	0
2	59,28	40,72	0	0
3	73,16	0	26,84	24,00

Abb. 5-15: REM-Aufnahmen vom Längsschliff der Legierung XL02 im lösungsgeglühten Zustand: EDX-Analysen von groben Al-Si-Phasen (Messpunkt 2) und Al-Mn-Cu-Phasen (Messpunkt 3) (links); EDX-Mapping der groben Si-haltigen Phasen (rechts)

Die Versuchslegierung XL13 wurde im Gusszustand, im lösungsgeglühten Zustand und nach einer Warmauslagerung von 48 h bei 153 °C im REM untersucht. Hierbei sollten die Ausscheidungen in Abhängigkeit vom Zustand nach Zusammensetzung, Morphologie und Größe charakterisiert werden. Motivation dieser Untersuchung ist es, Aussagen über die Mikrostruktur mit dem kontinuierlichen Anstieg der Zugfestigkeit (vgl. Abb. 5-31) und der Dehngrenze (vgl. Abb. 5-32) der Versuchslegierung XL13 korrelieren zu können.

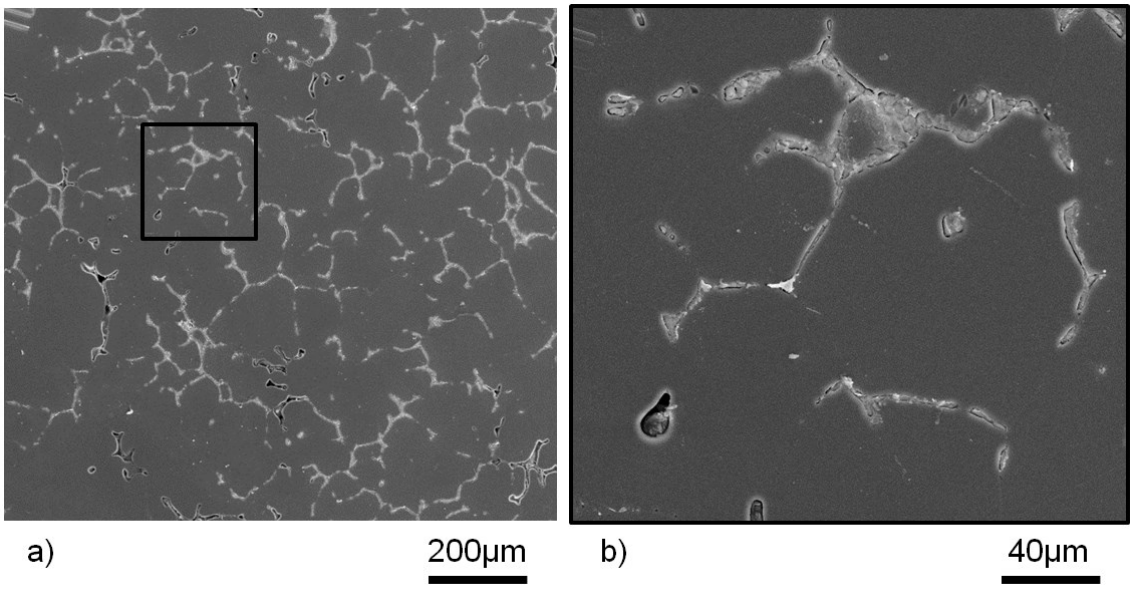


Abb. 5-16: REM-Aufnahmen der Legierung XL13 im Gusszustand

In allen untersuchten Probenzuständen liegen die Ausscheidungen gleichmäßig verteilt vor. Abb. 5-16 zeigt eine deutliche Belegung der Korngrenzen im Gusszustand, an denen mittels EDX Al, Cu, Ag und Mn gemessen wurden. Die Matrix ist jedoch Ag-frei. Die EDX-Messungen der Matrix detektierten Al, Cu und Mg, was darauf hinweist, dass Ag nicht in Lösung geht.

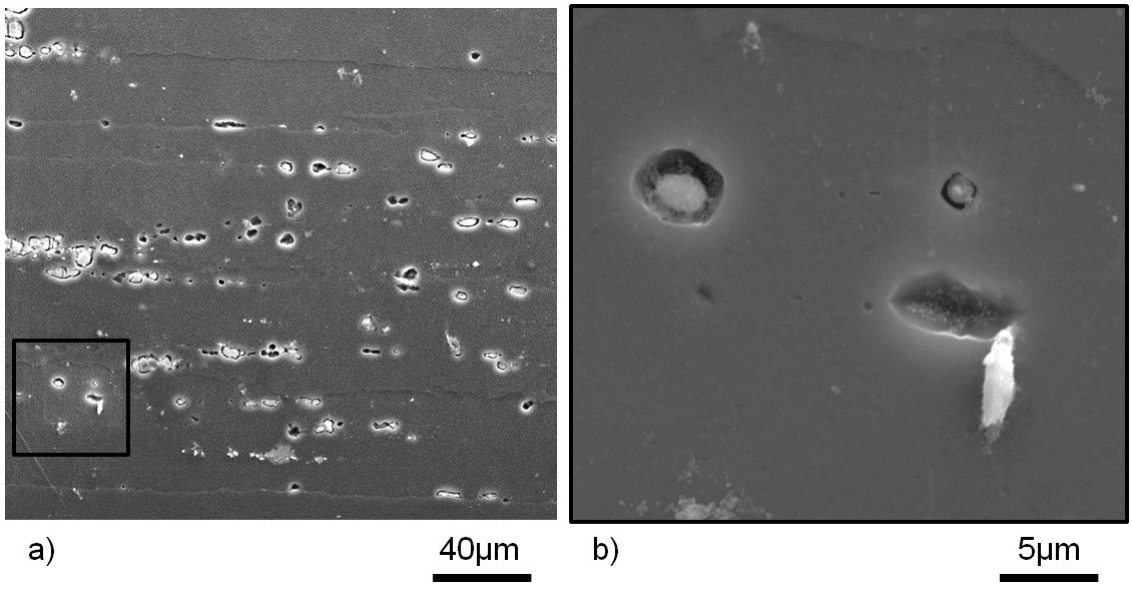


Abb. 5-17: REM-Aufnahmen vom Längsschliff der Legierung XL13 im lösungsgeglühten Zustand

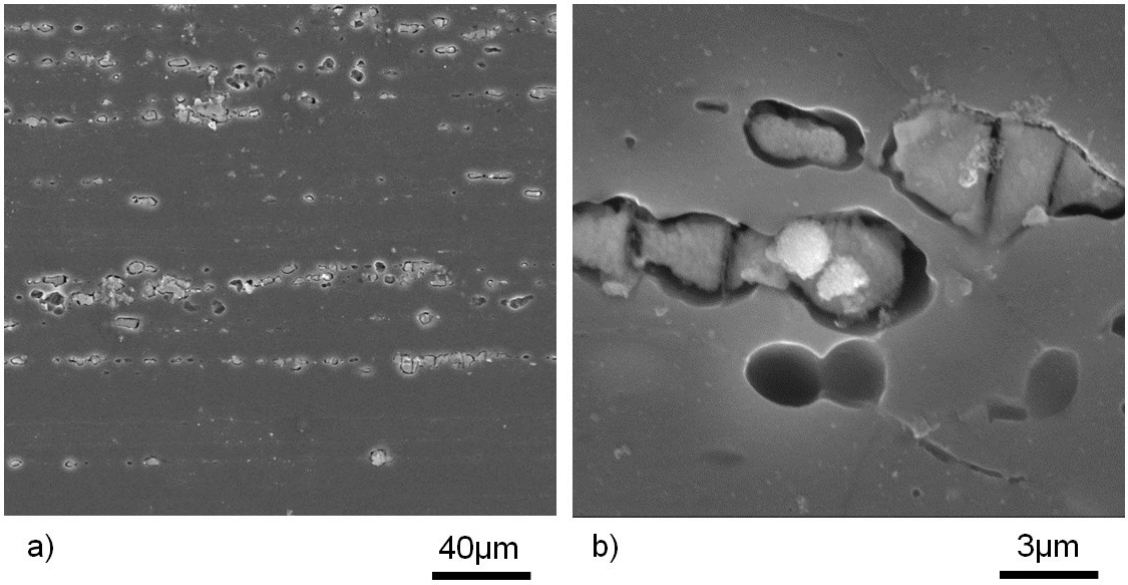


Abb. 5-18: REM-Aufnahmen vom Längsschliff der Legierung XL13 im warmausgelagerten Zustand (153 °C, 48 h)

Die hohe Ausscheidungsdichte an den Korngrenzen ist auch im lösungsgeglühten Zustand (Abb. 5-17) wie auch nach einer Warmauslagerungsdauer von 48 h bei 153 °C (Abb. 5-18) wiederzufinden. Die vorliegenden Phasen sind elliptisch bis rundlich geformt und variieren in ihrer Größe von 2-10 µm. EDX-Messungen an den einzelnen Ausscheidungen erbrachten den Nachweis von Al, Cu, Mn, Ag, Zr und Ti, die jeweils zu ähnlichen Gehalten in den vorliegenden Phasen auftreten. Auch hier konnte kein Ag in der Matrix nachgewiesen werden. Anschließende EDX-Messungen eines warmausgelagerten Zustandes nach 3 h bei 300 °C zeigten, dass die Al-Cu-Ag-Phasen zu groben Ausscheidungen (10-20 µm) heranwachsen.

Die Untersuchungsergebnisse im REM ermöglichen jedoch keine eindeutige Identifizierung der einzelnen Phasen. Auch der Vergleich der REM-Aufnahmen im Gusszustand, dem lösungsgeglühten Zustand und nach 153 °C und 48 h liefert keine hinreichenden Informationen über die Entwicklung der Phasen, die in Korrelation zur Entwicklung der Festigkeit stehen. Detaillierte Folgeuntersuchungen im TEM sind daher erforderlich, um weitere Informationen über das Ausscheidungsverhalten in der Mikrostruktur zu erlangen.

In Tabelle 5-3 sind alle Untersuchungsergebnisse aus der Licht- und Rasterelektronenmikroskopie noch einmal zusammengefasst.

Tabelle 5-3: Übersicht der Untersuchungsergebnisse im Licht- und Rasterelektronenmikroskop

Leg.	KG* belegt	LiMi PP*	Zustand	REM	
				Partikel	Matrix
XL01	ja	~5-10µm	lösg.*	-	
XL02	ja	~5-10µm	lösg.*	~5-10µm, rundlich, Si-reich	frei von Si, Nachweis von Al, Mn und Cu
			lösg.*	~1-5 µm, länglich, Nachweis von Al-Mn-Cu	
XL08	nein	keine	lösg.*	-	
XL10	nein	keine	lösg.*	-	
XL11	ja	~5-10µm	lösg.*	-	
XL13	ja	~5-10µm	gegoss.*	Nachweis von Al-Cu-Ag-Mn an KG	frei von Ag, Nachweis von Al, Cu und Mg
	ja		lösg.*	~2-10µm, elliptisch oder rundlich, Nachweis von Al, Cu, Mn, Ag, Zr, Ti	
	ja		warmausg.*		
XL14	ja	~5-10µm	lösg.*	-	

* Abkürzungen:

KG	= Korngrenze
PP	= Primärphase
lösg.	= lösungsgeglüht
gegoss.	= gegossen
warmausg.	= warmausgelagert

5.3.4 Gefügeuntersuchung im Transmissionselektronenmikroskop (TEM)

5.3.4.1 TEM-Analysen bei gleichen Warmauslagerungsparametern (153 °C, 24 h)

Im Folgenden sind die TEM-Untersuchungsergebnisse zu allen untersuchten Legierungen im Warmauslagerungszustand von 153 °C, 24 h dargestellt.

Die TEM-Analysen an der Mikrostruktur der Referenzlegierung XL10 zeigen, dass Ausscheidungen der T_1- und Ω-Phase in einer deutlich höheren Dichte vorliegen als S-, θ‘- und β‘-Phase, vgl. Abb. 5-19. Die Reflexe im SAD-Bild zeigen im Vergleich zu den SAD-Bildern der anderen Legierungen (vgl. Abb. 5-21 und Abb. 5-23 - Abb. 5-26) eine höhere Intensität, was zunächst darauf

hindeutet, dass mehr Phasen auftreten. Aus dieser Beobachtung kann allerdings nur auf das absolute Ausscheidungsvolumen geschlossen werden, jedoch nicht auf eine zwangsläufig höhere Ausscheidungsdichte in dieser Legierung. An dieser Stelle könnte beispielsweise ein dickerer Bereich untersucht worden sein, weshalb mehr Ausscheidungen auftreten als an einer dünneren Stelle der Probe. Auf die Identifizierung der jeweiligen Beugungsbildreflexe wird im Folgenden nicht weiter eingegangen. Sie ist für jede Legierungszusammensetzung im Anhang zu finden (vgl. Abb. B-1 bis Abb. B-9).

Wie bereits in Kapitel 2.3.2.4 beschrieben, tritt die β‘-Phase häufig als Kompositpartikel auf, wobei ein Kern aus β‘- von einem Mantel aus δ‘-Phase umgeben ist [Flo87, Fra04, Gao05, Gay84, Whi90]. Da nicht auszuschließen ist, dass die hier identifizierten β‘-Phasen von δ‘-Phasen umgeben sind bzw. die Wahrscheinlichkeit für das Vorkommen eines Kompositpartikels in allen Legierungen sehr groß ist, wird im weiteren Verlauf der Arbeit die Abkürzung β‘(+δ‘)-Phase verwendet.

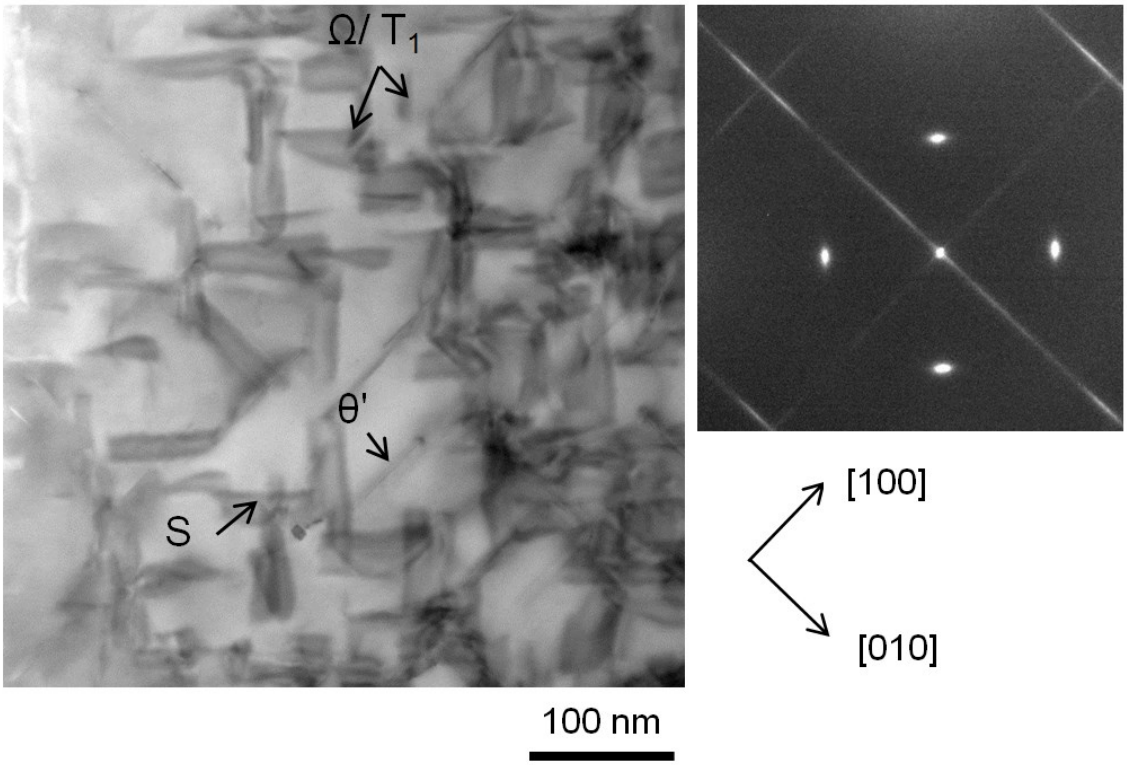


Abb. 5-19: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL10, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h

Im Mikrogefüge der Referenzlegierung XL10 sind die Korngrenzen mit Ausscheidungen belegt. Es bleibt ungeklärt, um welche Phasen es sich an den Korngrenzen handelt. Auf die individuelle Identifikation der einzelnen Phasen, die an den Korngrenzen beobachtet worden sind, wurde aufgrund des zeitlichen Mehraufwandes auch bei den folgenden Legierungen im Rahmen dieser Untersuchungen verzichtet. Es liegen keine PFZ vor. Des Weiteren fallen in der Mikrostruktur dieser Legierung insbesondere Partikel auf, die eine eher längliche Morphologie haben und durch runde Kappen begrenzt sind (vgl. Abb. 5-20, siehe Pfeil). EDX-Analysen haben ergeben, dass es sich hierbei um Mn-haltige Dispersoide handelt.

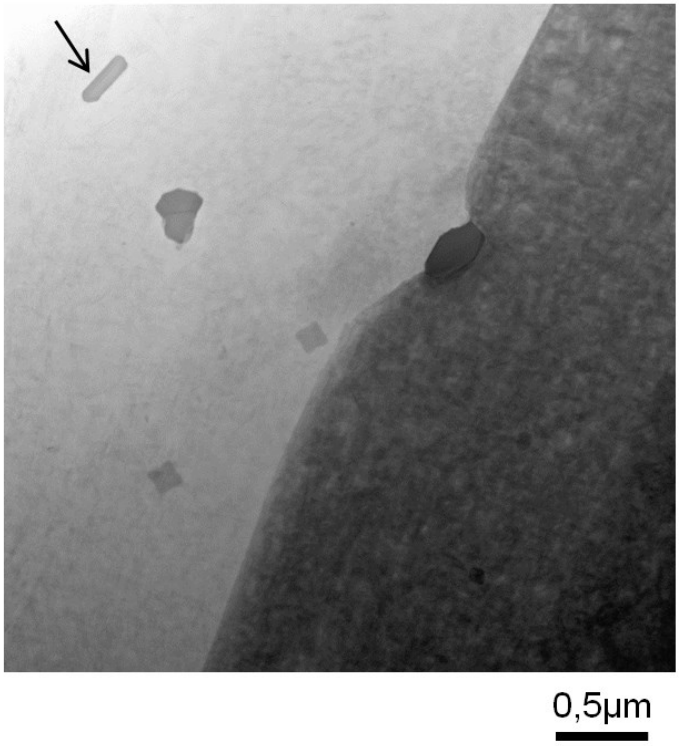


Abb. 5-20: HF-STEM-Aufnahme der Legierung XL10, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h mit auffälligem Partikel, der eine längliche Morphologie aufweist und durch runde Kappen begrenzt ist (siehe Pfeil)

Im Mikrogefüge der Si- und Ag-freien Versuchslegierung XL08 scheiden sich die T_1- und die Ω-Phase dominant aus. Ebenfalls vertreten, aber in deutlich geringerer Anzahl, sind S-Phase sowie θ‘- und β‘ (+ δ‘). Abb. 5-21 gibt mit einer HF-STEM-Aufnahme und dem zugehörigen Beugungsbild in ZA $[001]_{Al}$ hierzu einen repräsentativen Eindruck.

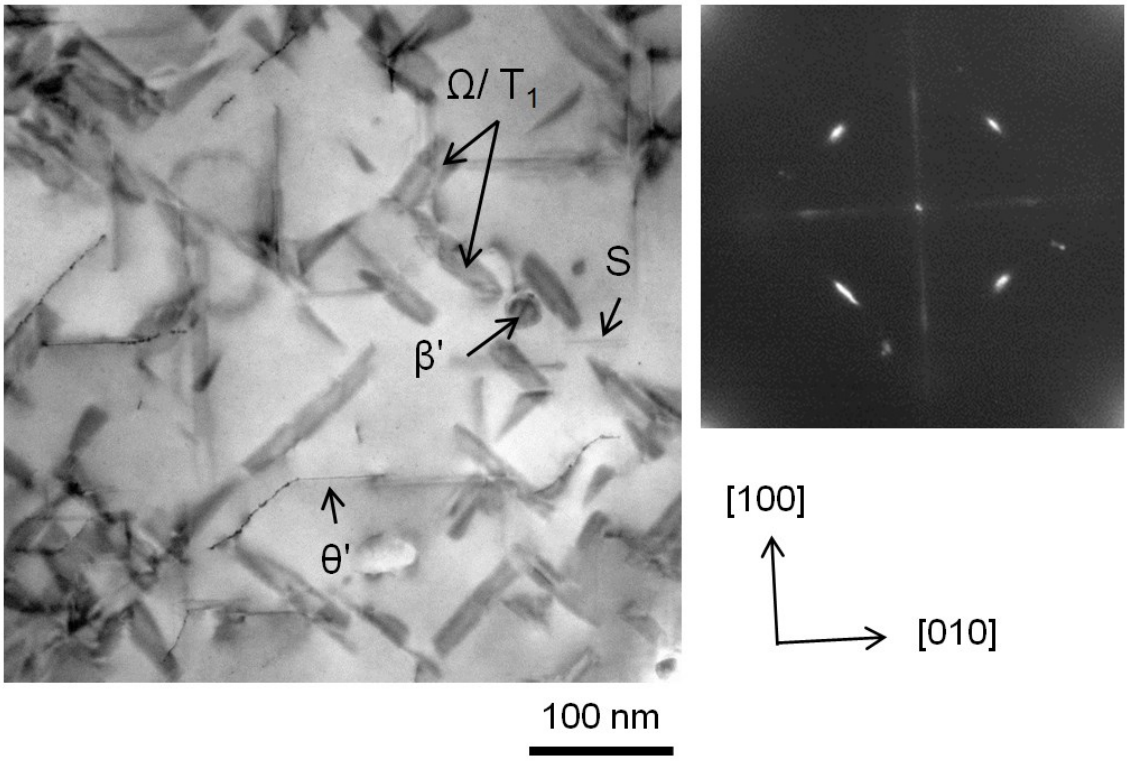


Abb. 5-21: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL08, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h

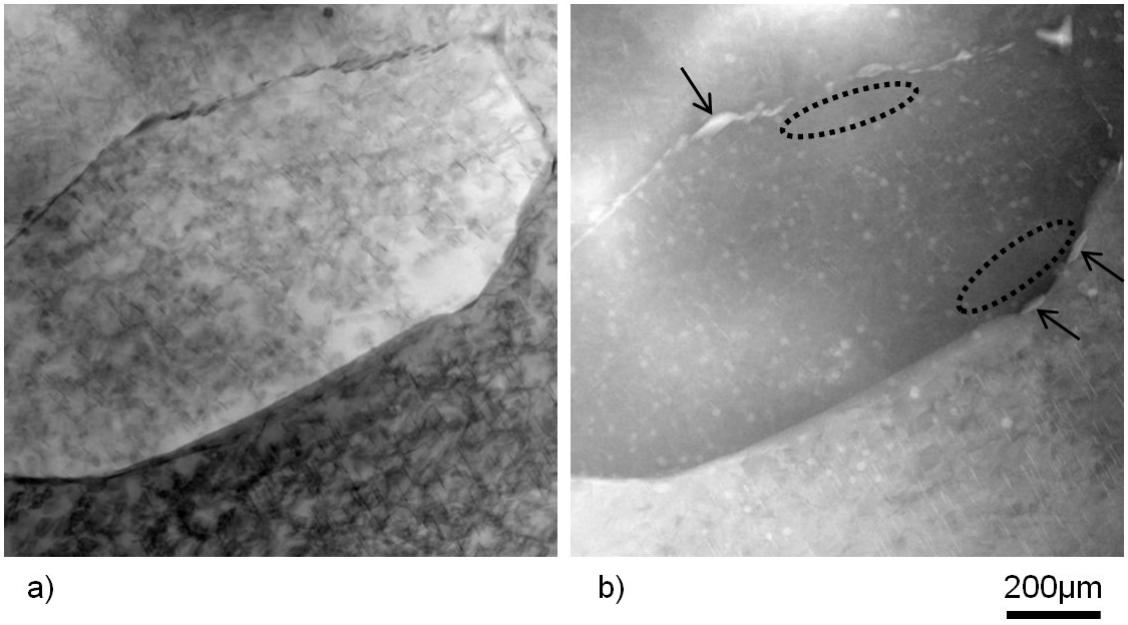


Abb. 5-22: HF-STEM (a) und DF-STEM-Aufnahme (b) der Legierung XL08, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h mit Partikeln an den Korngrenzen (siehe Pfeil) und PFZ (siehe gestrichelte Ovale)

Im Mikrogefüge der Legierung XL08 sind die Korngrenzen deutlich belegt (vgl. Abb. 5-22, siehe Pfeil) und es konnten partikelfreie Zonen nachgewiesen

werden, die unregelmäßig auftreten. Hierbei wurde ein maximaler Abstand von bis zu 30 nm zur Korngrenze gemessen (vgl. Abb. 5-22, siehe gestricheltes Oval).

Die TEM-Analysen an der Si-haltigen und Ag-freien Versuchslegierung XL01 haben ergeben, dass kein Si in der Matrix nachgewiesen werden kann. Außer den bereits im LiMi und REM ersichtlichen Si-haltigen Primärerstarrungen wurden auch im TEM keine weiteren Si-Phasen identifiziert. Abb. 5-23 zeigt eine repräsentative HF-STEM-Aufnahme sowie das zugehörige Beugungsbild entlang der ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL01. Zu sehen sind plattenförmige Ausscheidungen der T_1- und Ω-Phase sowie die lattenförmige S-Phase und runde Partikel der β‘(+δ‘)-Phase. Die Analyse an unterschiedlichen Probenstellen hat ergeben, dass die T_1- und Ω-Phase deutlich häufiger im Mikrogefüge der Legierung XL01 vorliegen als die S-Phase und β‘(+δ‘)-Phase. An den Korngrenzen der Legierung XL01 wurden kleine kupferhaltige Ausscheidungen gefunden, allerdings keine zugehörigen Phasen zugeordnet.

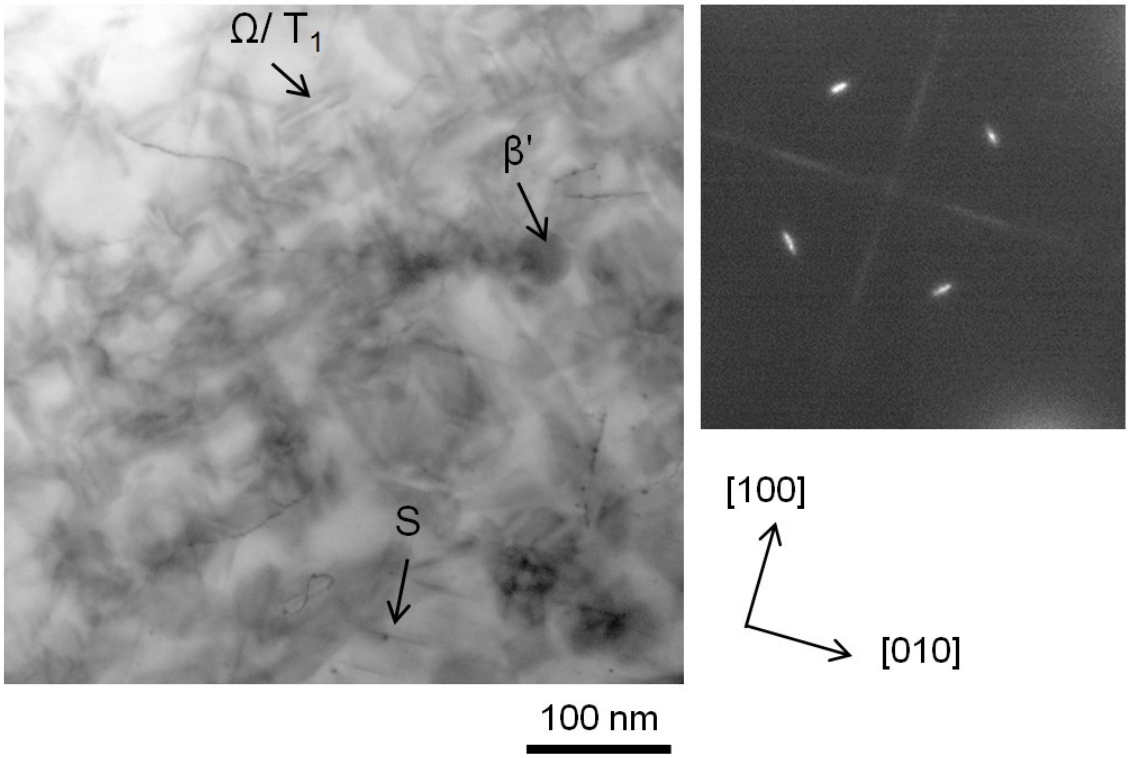


Abb. 5-23: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL01, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h mit Ω/T_1-, β‘- und S-Phase

Die Versuchslegierung XL02 unterscheidet sich in ihrer chemischen Zusammensetzung von der Legierung XL01 nur durch die Zugabe von 0,5 Gew.% Ag. Auch bei dieser Legierung konnte kein Si in der Matrix nachgewiesen werden. Wie bereits die TEM-Untersuchungsergebnisse der Legierung XL01 zeigten, liegen neben den Si-haltigen Primärphasen keine weiteren Si-haltigen Phasen vor. Abb. 5-24 zeigt eine HF-STEM-Aufnahme mit dem zugehörigen Beugungsbild in ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL02. Die Mikrostruktur dieser Legierung wird dominiert von Ausscheidungen der T_1- und Ω-Phase, wie sie auch in Abb. 5-23 zu sehen sind. Wie bereits in Kapitel 4.3.3.3 erwähnt wurde, können die beiden Phasen nicht anhand von STEM-Aufnahmen, sondern nur im Beugungsbild in ZA $[112]_{Al}$ unterschieden werden. Neben der ebenfalls markierten S- und θ‘-Phase tritt auch die β‘(+δ‘)-Phase im Gefüge auf. Durch Untersuchungen an mehreren Probenstellen wird allerdings deutlich, dass S- und θ‘- und β‘-Phase deutlich seltener als die T_1- und Ω-Phase im Gefüge der Legierung XL02 vorliegen. Die TEM-Analysen der Versuchslegierung XL02 haben gezeigt, dass ihre Korngrenzen mit Ausscheidungen belegt sind, wobei auch hier ungeklärt ist, um welche Phasen es sich handelt. Sowohl in der Legierung XL01 als auch der Legierung XL02 finden sich links und rechts der Korngrenzen PFZ. Sie treten unregelmäßig auf. In der Legierung XL01 wurde ein maximaler Abstand zur Korngrenze von 20 nm gemessen und in der Legierung von bis zu 26 nm. Die Mikrostruktur der beiden Legierungen XL01 und XL02 zeigt ein vergleichbares Bild wie die Legierung XL08 in Abb. 5-22.

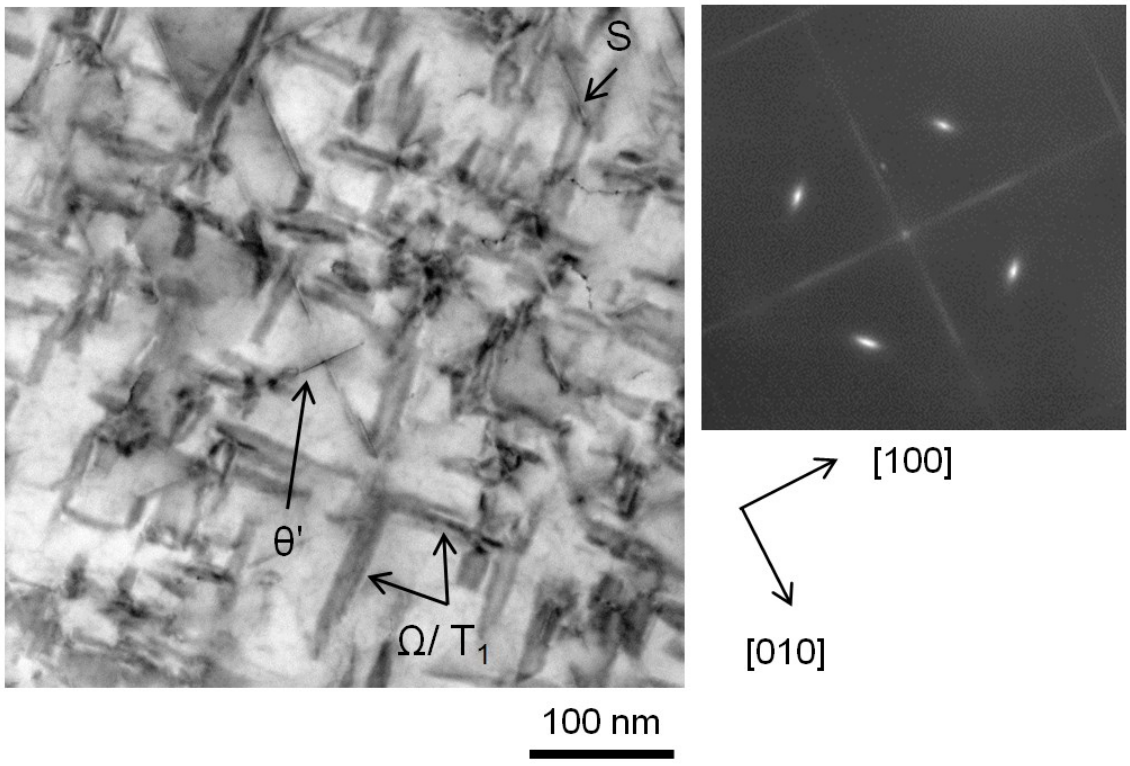


Abb. 5-24: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL02, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass in allen bisher genannten Legierungen (XL01, XL02, XL08 und XL10) die T_1- und Ω-Phase das Ausscheidungsverhalten dominieren, d. h. erheblich häufiger als die anderen Phasen auftreten. Sie werden daher im Folgenden als „Hauptphasen" bezeichnet. Neben den beiden Hauptphasen weist die Mikrostruktur der Legierungen XL01, XL02, XL08 und XL10 Ausscheidungen der β'- (+δ')-Phase auf. Sie liegen im Vergleich zum Vorkommen der T_1- und Ω-Phase in deutlich geringerer Anzahl vor und werden daher im Folgenden als „Nebenphase" bezeichnet. In den Versuchslegierungen XL01 (Si-haltig, Ag-frei), XL02 (Si-haltig, Ag-haltig) und XL08 (Si-frei, Ag-frei) tritt des Weiteren die S-Phase als Nebenphase auf. Diese wurde in der Referenzlegierung nicht identifiziert. Die Referenzlegierung XL10 (Si-frei, Ag-haltig) hat als weitere Nebenphase die θ'-Phase. Diese Phase kommt auch in den Legierungen XL02 und XL08 vor, bleibt allerdings in der Versuchslegierung XL01 aus.

Das Mikrogefüge der Legierung XL11 (mit einem erhöhten Mg-Gehalt von 1,2 Gew.%), Abb. 5-25, wird von einer Vielzahl an Ausscheidungen der S-

Phase dominiert. Ebenfalls vertreten, aber in deutlich geringerer Anzahl, sind T_1-, θ‘- und β‘(+δ‘)-Phase. Des Weiteren wurde die T-Phase ($Al_{20}Cu_2Mn_3$) identifiziert. Anders als bei den zuvor genannten Legierungen XL01, XL02, XL08 und XL10 kommt in der Legierung XL11 keine Ω-Phase vor. Im Mikrogefüge der Legierung XL11 sind die Korngrenzen deutlich mit Ausscheidungen belegt. Anders als in den zuvor genannten Legierungen können in der Legierung XL11 nicht eindeutig PFZ bestimmt werden. Die Ausscheidungen der Legierung XL11 liegen in der Matrix in deutlich größeren Abständen zueinander, als es in den Legierungen XL01, XL02, XL08 und XL10 beobachtet worden ist. Da sich somit auch größere Abstände zwischen Ausscheidung und Korngrenze ergeben, ist die Identifikation von PFZ nicht eindeutig.

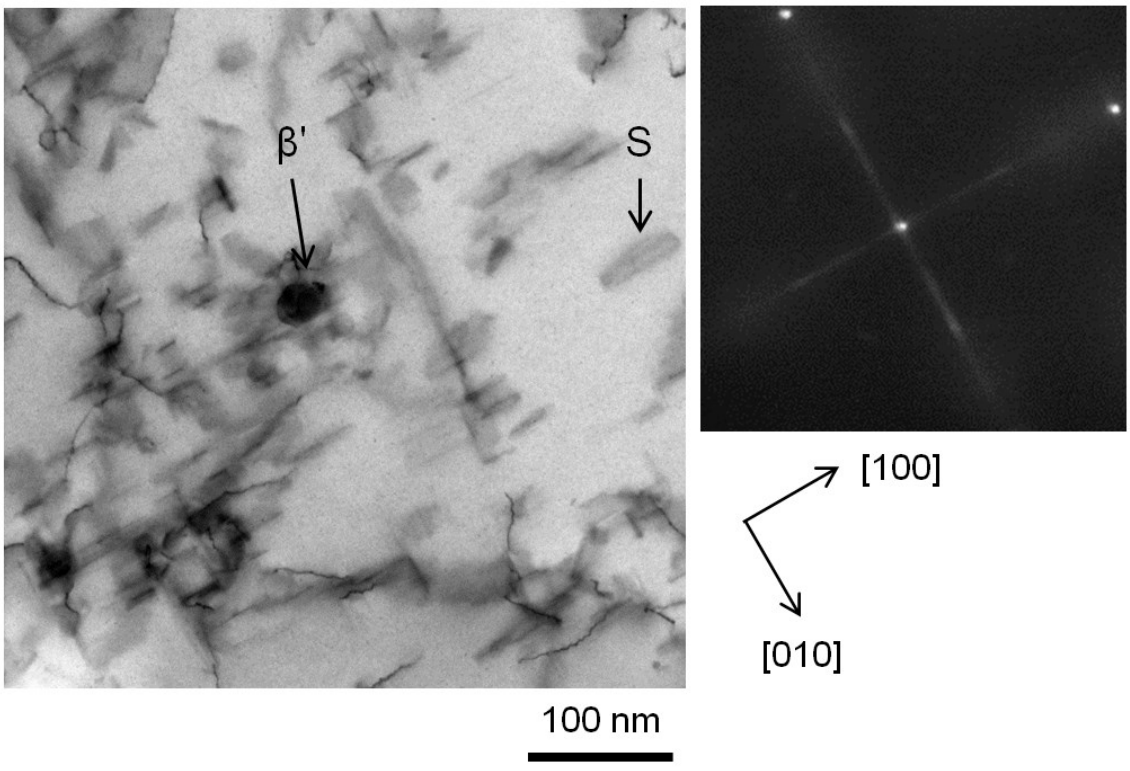


Abb. 5-25: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL11, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h

Die Legierung XL13 weist, abgesehen von einem höheren Cu-Gehalt von 4,4 Gew.%, dieselbe chemische Zusammensetzung wie die Versuchslegierung XL11 auf. Die Untersuchungen ihrer Mikrostruktur (in diesem Zustand – weitere Auslagerungszustände dieser Legierung werden später beleuchtet) haben

ergeben, dass die S-Phase dominant ausscheidet. In geringerer Anzahl kommen T_1-, Ω-, θ‘- und β‘(+δ‘)-Phase vor. Abb. 5-28 zeigt hierzu eine HF-STEM-Aufnahme in ZA $[001]_{Al}$ mit zugehörigem Beugungsbild.

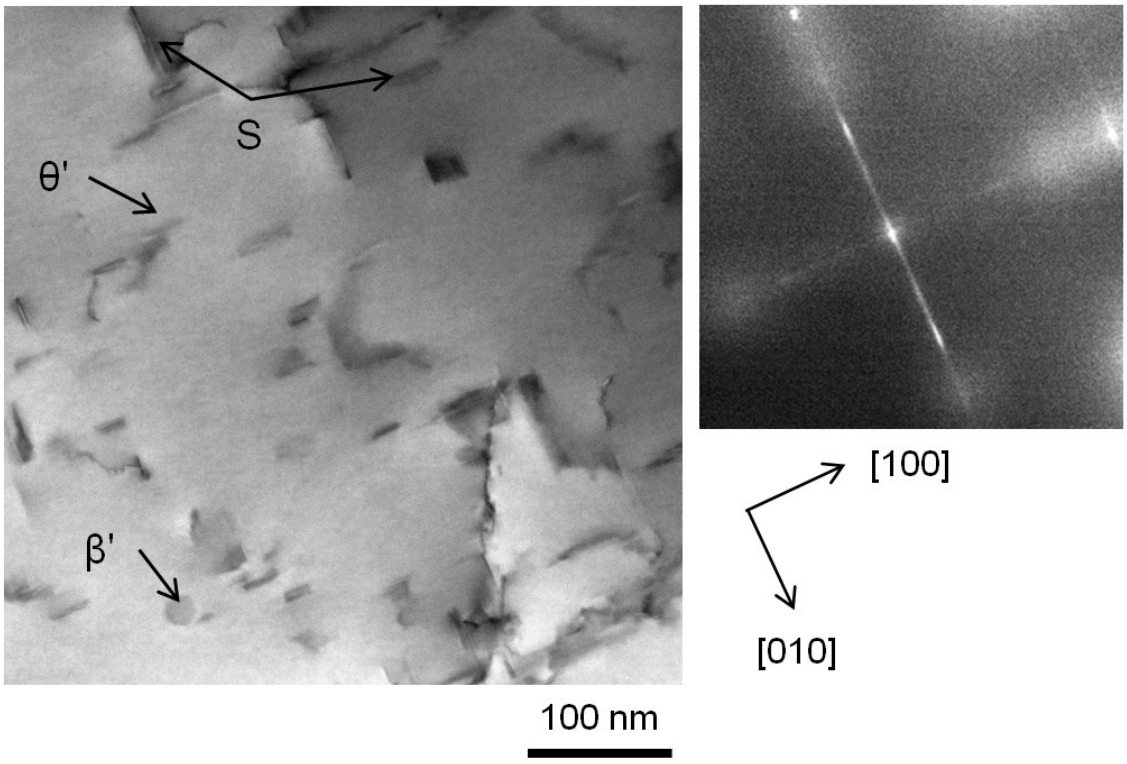


Abb. 5-26: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL14, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h

Die Versuchslegierung XL14 unterscheidet sich in ihrer chemischen Zusammensetzung von der Legierung XL11 nur durch die Abwesenheit von Ag. Auch bei der Versuchslegierung XL14 liegt die S-Phase in einer deutlich höheren Dichte vor als θ‘- und β‘(+δ‘)-Phase. Abb. 5-26 zeigt eine repräsentative HF-STEM-Aufnahme der Versuchslegierung XL14 entlang der ZA $[001]_{Al}$. Zu sehen sind hier die lattenförmigen Partikel der S-Phase, θ‘-Plättchen und kugelförmige Ausscheidungen der β‘(+δ‘)-Phase. In der Mikrostruktur der Legierung XL14 wurde auch die T-Phase identifiziert. Es wurde keine Ω-Phase gefunden. Des Weiteren haben die Analysen im TEM gezeigt, dass die Korngrenzen der Legierung deutlich mit Ausscheidungen belegt sind, die aber nicht genauer identifiziert worden sind.

In den Legierungen XL13 und XL14 konnten aus denselben Gründen, wie sie in Legierung XL11 beschrieben worden sind, nicht eindeutig PFZ bestimmt werden. Alle drei Legierungen weisen die T-Phase auf.

Zusammengefasst wird in allen Legierungen mit einem erhöhten Mg-Gehalt von 1,1 Gew.%, d.h. den Legierungen XL11, XL13 und XL14, das Ausscheidungsverhalten von der S-Phase (Al_2CuMg) dominiert. Die T_1-Phase - eine Hauptphase in den Legierungen XL01, XL02, XL08 und XL10 - wird in der Legierung XL11 (Ag-haltig) nur sehr schwach nachgewiesen und kommt in der Legierung XL14 (Ag-frei) gar nicht vor. Auch in der Legierung XL13 (Ag-haltig und erhöhter Cu-Gehalt) ist die T_1-Phase nur Nebenphase. Wie auch in XL01, XL02, XL08 und XL10, kommt in den Legierungen XL11, XL13 und XL14 die β‘(+δ‘)-Phase vor. Darüber hinaus liegt in allen drei Legierungen die θ‘-Phase als Nebenphase vor. Die Ω-Phase ist nur noch in der Versuchslegierung XL13 als Nebenphase vorhanden. In XL11 und XL14 tritt sie gar nicht auf. Tabelle 5-4 gibt eine Übersicht zu Haupt- und Nebenphasen, wie sie in den untersuchten Legierungen mittels TEM identifiziert worden sind.

Tabelle 5-4: Übersicht aller im TEM untersuchten Legierungen mit den jeweils identifizierten Haupt- und Nebenphasen im warmausgelagerten Zustand bei 153 °C, 24 h sowie der Angaben zum Vorkommen PFZ und Partikeln auf der Korngrenze (KG)

Legierung	Hauptphase	Nebenphase	Vorkommen von PFZ	maximaler Abstand bis zur KG in nm	Partikel auf KG
XL01	Ω, T_1	β'(+δ'), S	ja, aber unregelmäßig	20	ja
XL02	Ω, T_1	β'(+δ'), S, θ'	ja, aber unregelmäßig	26	ja
XL08	Ω, T_1	β'(+δ'), S, θ'	ja, aber unregelmäßig	30	ja
XL10	Ω, T_1	β'(+δ'), θ'	-	-	ja
XL11	S	T_1, β'(+δ'), θ'	-	-	ja
XL13	S	Ω, T_1, β'(+δ'), θ'	-	-	ja
XL14	S	β'(+δ'), θ'	-	-	ja

5.3.4.2 TEM-Analysen mit zunehmender Warmauslagerungsdauer (153 °C, 8-48 h)

Anknüpfend an die Erkenntnisse aus den vorangegangenen LiMi- und REM-Untersuchungen an der Legierung XL13 nach einer unterschiedlichen Warmauslagerungsdauer (8 h/ 24 h/ 48 h) bei einer Temperatur von 153 °C wurde die Mikrostruktur der jeweiligen Zustände ebenfalls im TEM untersucht.

Nach einer Warmauslagerungsdauer von 8 h liegen in der Mikrostruktur der Versuchslegierung XL13 (vgl. Abb. 5-27) erst sehr wenige Phasen vor. Es wurden vereinzelte Ausscheidungen der T_1-, der S- und der β‘(+δ‘)-Phase identifiziert. Die HF-STEM-Aufnahme zeigt keine deutlich erkennbaren Ausscheidungen der T_1- und Ω-Phase, allerdings sind im Beugungsbild schwache Reflexe („Streaks“) zu erkennen, was darauf schließen lässt, dass sich die Phasen in einem sehr frühen Stadium der Entwicklung befinden. Sie können beispielsweise in den Versetzungsstrukturen (vgl. Abb. 5-27, eingekreister Bereich) enthalten sein, die man in der Abbildung sieht (Weiteres hierzu vgl. Kapitel 6.2). Keine der genannten Phasen zeichnet sich durch ihr Vorkommen als dominante Ausscheidung aus, so dass an dieser Stelle nur von Nebenphasen in einem frühen Stadium der Ausscheidung gesprochen werden kann. Die Korngrenzen sind nach einer Warmauslagerungsdauer von 8 h frei von Ausscheidungen.

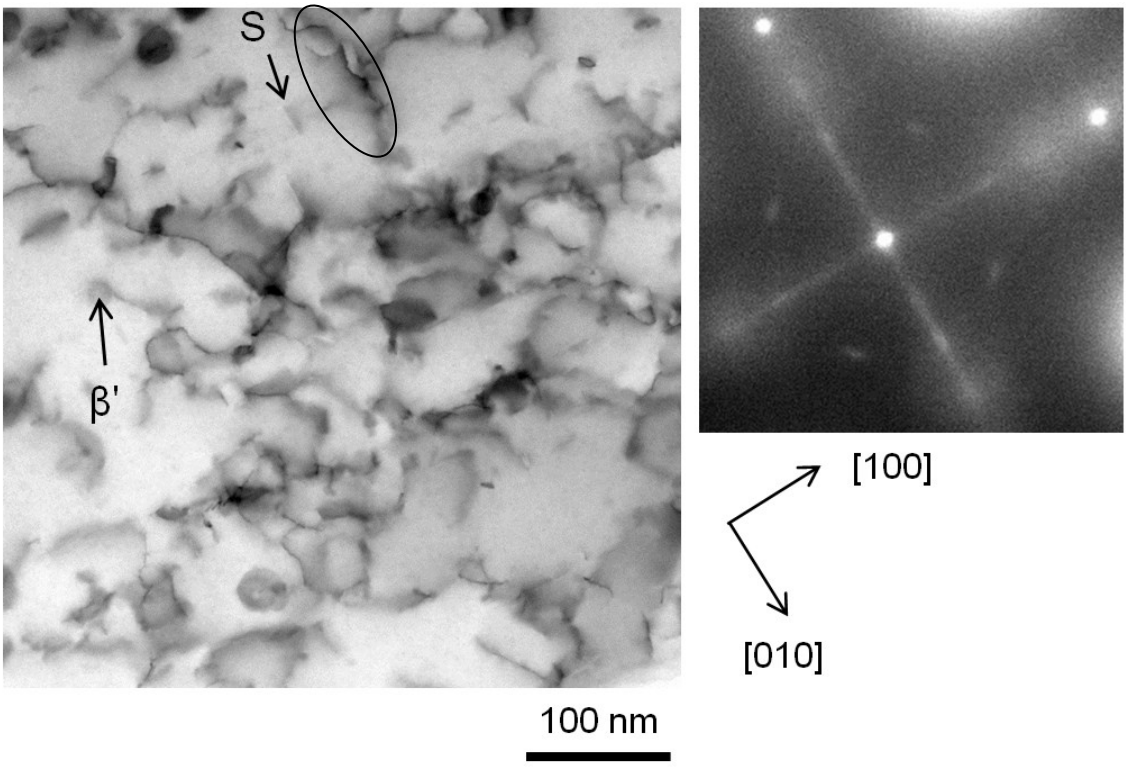


Abb. 5-27: HF-STEM-Aufnahme mit Versetzungsstrukturen (siehe eingekreister Bereich) und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL13, Warmauslagerungszustand 153 °C, 8 h

Mit zunehmender Auslagerungsdauer von 24 h scheidet sich die S-Phase dominant aus. Sie tritt deutlich häufiger auf als die bereits identifizierte T_1- und β‘(+δ‘)-Phase. Als weitere Nebenphase wurden in diesem Zustand die Ω- und die θ‘-Phase identifiziert (vgl. Abb. 5-28). Die Korngrenzen sind im Vergleich zum Warmauslagerungszustand nach 8 h minimal mit nicht identifizierten Phasen belegt. Des Weiteren wurde im Rahmen dieser Untersuchungen das erste und einzige Mal die T-Phase ($Al_{20}Cu_2Mn_3$) in der Mikrostruktur identifiziert. Nach einer Auslagerungsdauer von 48 h entwickeln sich auch die Ω- und die T_1-Phase zu Hauptphasen. Die S-Phase liegt nach wie vor dominant vor. Die β‘(+δ‘)- und θ‘-Phase bleiben als Nebenphasen vorhanden (vgl. Abb. 5-29). Die Korngrenzen sind nach einer Warmauslagerungsdauer von 48 h deutlich von nicht identifizierten Phasen belegt.

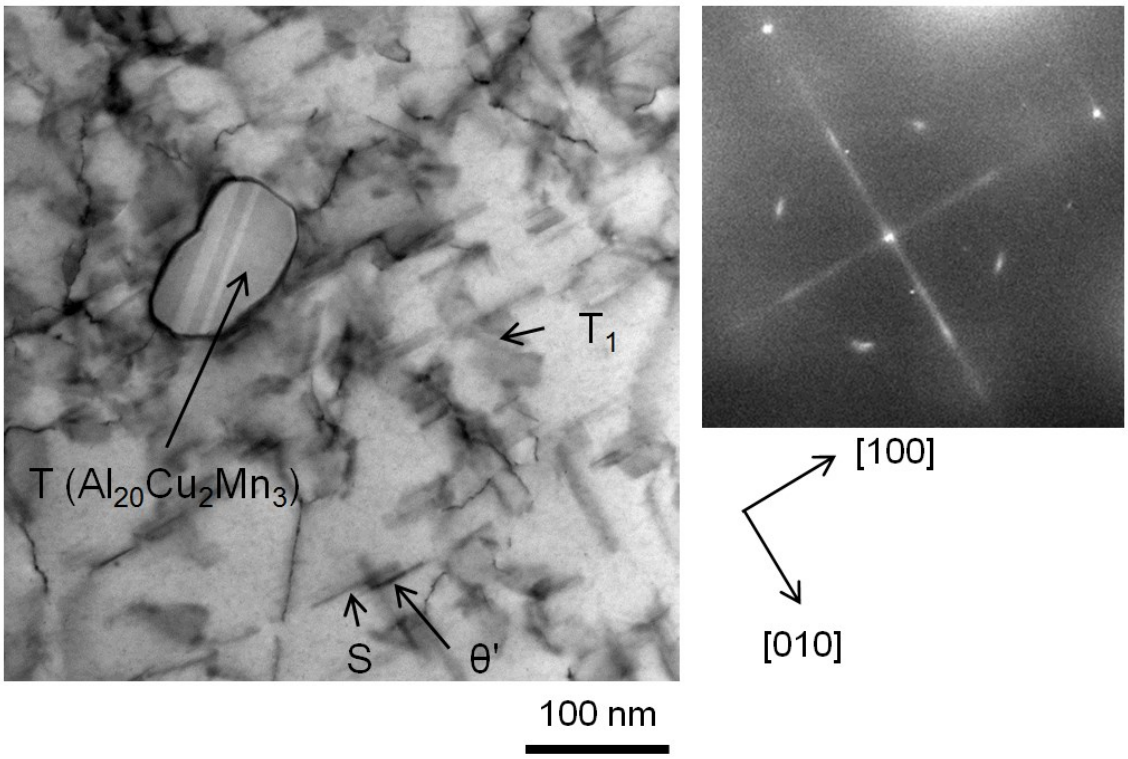


Abb. 5-28: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL13, Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h

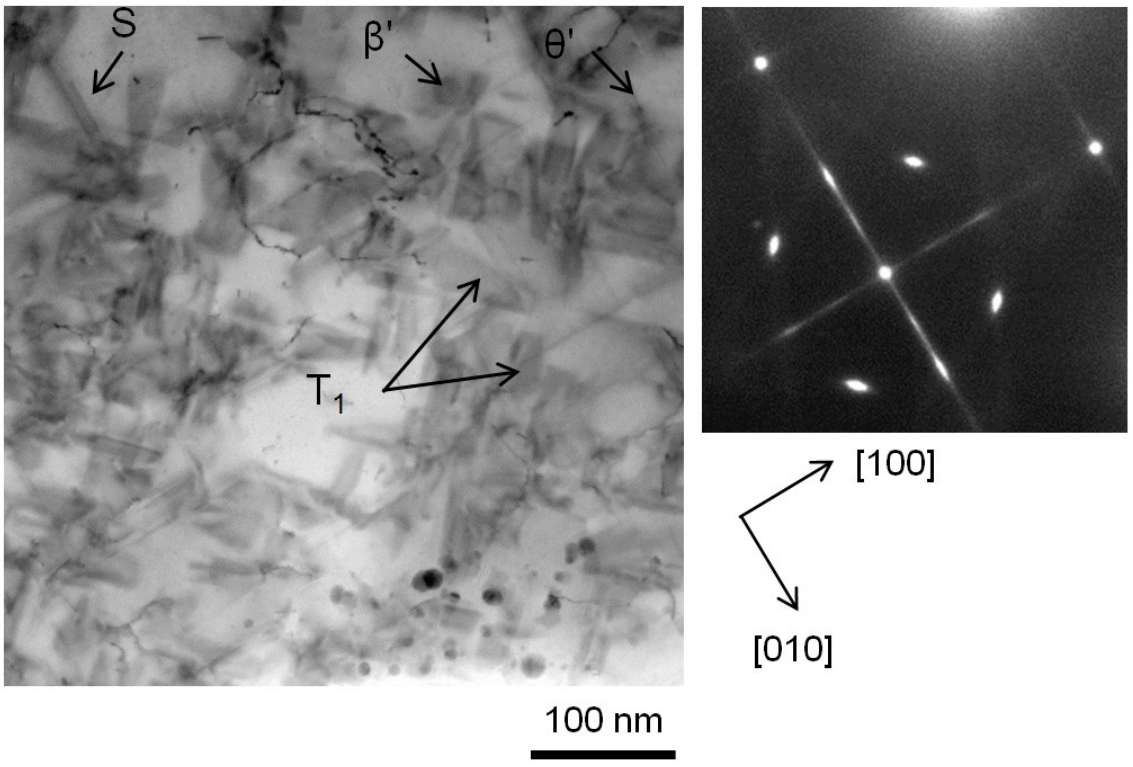


Abb. 5-29: HF-STEM-Aufnahme und zugehöriges Beugungsbild, ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL13, Warmauslagerungszustand 153 °C, 48 h

Wie bereits beschrieben, kann der direkte Vergleich der Intensitäten in den Beugungsbildern zu Fehlinterpretationen führen, da nicht ausgeschlossen werden kann, dass die untersuchten Bereiche in ihrer Probendicke variieren können. Eine vermeintlich höhere Ausscheidungsdichte könnte beispielsweise auch auf einen dickeren Probenbereich zurückzuführen sein. Nichtsdestotrotz sind in diesem Fall die Unterschiede in den Intensitäten so ausgeprägt, dass man vermuten könnte, dass die Anzahl der T_1- und S- Phase mit zunehmender Warmauslagerungsdauer zwischen 24 h und 48 h zunimmt. Für die θ‘-Phase kann dies nicht vermutet werden.

In Tabelle 5-5 sind alle mittels TEM-Untersuchungen identifizierten Haupt- und Nebenphasen, die in den untersuchten Warmauslagerungszuständen (nach 8 h/24 h/48 h Warmauslagerungsdauer) in der Versuchslegierung XL13 auftreten, tabellarisch aufgelistet.

Tabelle 5-5: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen in der Legierung XL13 mit zunehmender Warmauslagerungsdauer (8 h/ 24 h/ 48 h) bei 153 °C

Warmauslagerungsdauer in h bei 153°C	**8**	**24**	**48**
Hauptphase	-	S	S, Ω, T_1
Nebenphase	S, β' (+δ'), T_1	β' (+δ'), T_1, Ω, θ'	β' (+δ'), θ'
Korngrenzenbelegung	keine	minimal	deutlich

5.4 Die Brinellhärte und die mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit vom Warmauslagerungszustand

5.4.1 Brinellhärte (HBW)

An stranggepressten Profilen aller Versuchslegierungen sowie der Referenzlegierung XL10 wurden in Abhängigkeit von der Warmauslagerungsdauer Härteprüfungen nach Brinell durchgeführt. In Abb. 5-30 ist hierzu die Entwicklung der Brinellhärte (HBW) über die Auslagerungsdauer von 8 h, 24 h und 48 h dargestellt. Mit Hilfe der folgenden Auftragung soll der Einfluss der Legierungszusammensetzung bzw. der Legierungsgehalte auf die Härte der Legierungen analysiert werden.

Die verwendete Härtevergleichsplatte hat ausweislich des Zertifikats der Deutschen Akkreditierungsstelle GmbH eine erweiterte Messunsicherheit von 1,45 HB bei 95 %igem Vertrauensniveau. Im vorliegenden Fall beträgt die erweiterte Messunsicherheit (k=2) für die Härteprüfung nach Brinell 3 HBW (HBW 2,5/62,5).

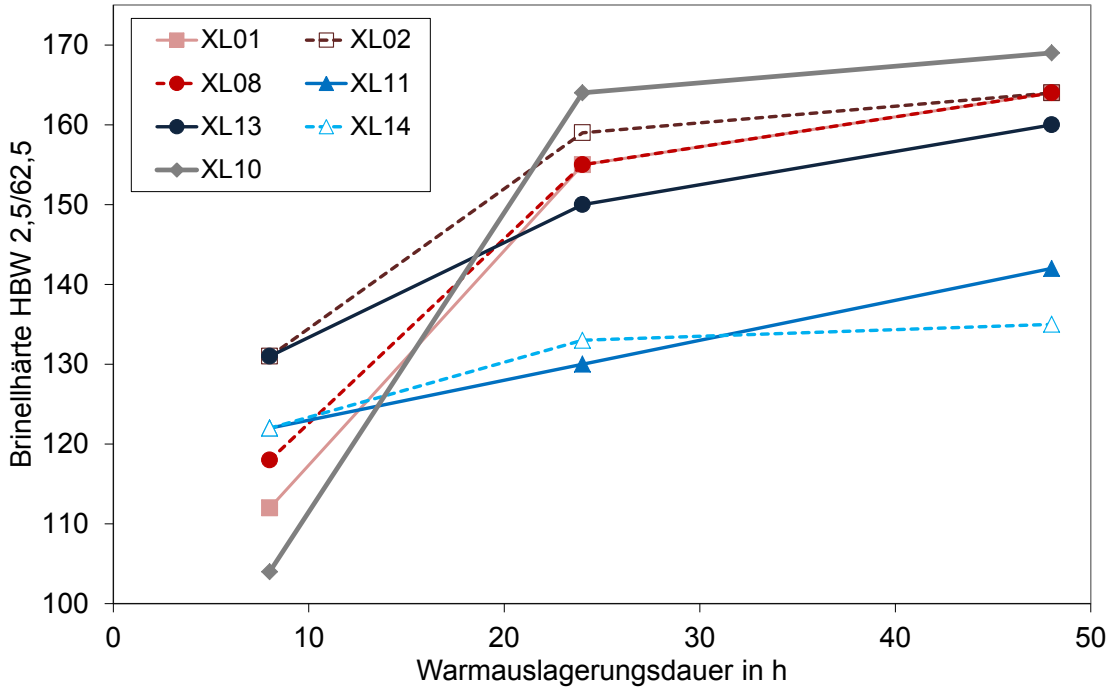


Abb. 5-30: Brinellhärte (HBW 2,5/62,5, absolute Messunsicherheit ± 3 HBW) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h

Die Referenzlegierung XL10 zeigt mit zunehmender Warmauslagerungsdauer einen kontinuierlichen Härteanstieg, der zwischen 8 h und 24 h Warmauslagerungsdauer zunächst von 104 HBW rapide auf 164 HBW ansteigt und zwischen 24 h und 48 h deutlich flacher verläuft. Nach 48 h erreicht die Referenzlegierung XL10 eine Härte von 169 HBW. Die Graphen der Legierungen XL01, XL02 und XL08 zeigen eine ähnliche Charakteristik wie die Referenzlegierung XL10, jedoch ist ihr Härtezuwachs zwischen 8 h und 24 h geringer als der der Referenzlegierung. Des Weiteren startet die Legierung XL02 von einem höheren Härteniveau als die anderen drei Legierungen. Die Si-haltige, aber Ag-freie Legierung XL01 und die Si- und Ag-freie Legierung XL08 weisen nach 24 h beide eine Härte 155 HBW auf. Die Legierung XL02, die sich

von der Legierungszusammensetzung der Legierung XL01 nur durch den Zusatz von 0,5 Gew. % Ag unterscheidet, hat nach einer Warmauslagerungsdauer von 24 h eine Härte von 159 HBW. Nach einer Warmauslagerungsdauer von 48 h liegen die Legierungen XL01, XL02 und XL08 alle mit derselben Härte von 164 HBW vor.

Die Versuchslegierungen XL11, XL13 und XL14 erfahren zwischen einer Warmauslagerungsdauer von 8 h und 24 h einen geringeren Härtezuwachs als die zuvor beschriebenen Legierungen, wobei der Anstieg der Legierungen XL11 und XL13 nahezu linear erfolgt. Die genannten drei Legierungen unterscheiden sich in ihrer chemischen Zusammensetzung im Wesentlichen durch einen Mg-Gehalt von 1,1 Gew.% von den anderen untersuchten Legierungen (mit 0,3-0,5 Gew.% Mg). Die Versuchslegierungen XL11 und XL14 weisen gegenüber allen anderen untersuchten Legierungen ein deutlich niedrigeres Härteniveau auf. Sie unterscheiden sich in ihrer chemischen Zusammensetzung nur durch den Zusatz der Legierungselements Ag voneinander. Die Ag-freie Versuchslegierung XL14 weist nach einer Warmauslagerungsdauer von 8 h mit 122 HBW und nach 24 h mit 133 HBW ähnliche Härtewerte wie die Legierung XL11 auf. Nach einer Warmauslagerungsdauer von 48 h hat die Ag-freie Legierung XL14 (mit 135 HBW) jedoch kaum einen weiteren Härtezuwachs erfahren, wohingegen die Ag-haltige Versuchslegierung XL11 nach 48 h eine Härte von 142 HBW erreicht hat. Die Versuchslegierung XL13, die gegenüber der Legierung XL11 mit einem höheren Cu-Gehalt von 4,5 Gew.% vorliegt, hat nach 8 h eine Härte von 131 HBW und nach 48 h einen Wert von 160 HBW erreicht.

5.4.2 Zugversuchskennwerte

An stranggepressten Profilen aller Versuchslegierungen sowie der Referenzlegierung XL10 wurden zur Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften (R_m, $R_{p0,2}$ und A_5) Zugversuche in Abhängigkeit von Legierungszusammensetzung und Warmauslagerungsdauer durchgeführt.

Repräsentativ für die mit zunehmender Auslagerungsdauer charakteristische Entwicklung der mechanischen Eigenschaften der untersuchten Versuchslegierungen sind, in Relation zur Referenzlegierung, die Zugfestigkeit

R_m (vgl. Abb. 5-31), die Dehngrenze $R_{p0,2}$ (vgl. Abb. 5-32) und die Dehnung A_5 (vgl. Abb. 5-33) über die Auslagerungsdauer von 8 h, 24 h und 48 h in L-Richtung dargestellt. Auf eine explizite Nennung der Messergebnisse in LT-Richtung wird im Folgenden verzichtet. Die graphischen Auftragungen der jeweiligen Messergebnisse in LT-Richtung sind der Vollständigkeit halber im Anhang der vorliegenden Arbeit (vgl. Abb. B-10, Abb. B-11, Abb. B-12) zu finden. Mit Hilfe der folgenden Auftragungen (Abb. 5-31, Abb. 5-32, Abb. 5-33) soll der Einfluss der Legierungszusammensetzung bzw. der Legierungsgehalte auf die mechanischen Eigenschaften der Legierungen analysiert werden.

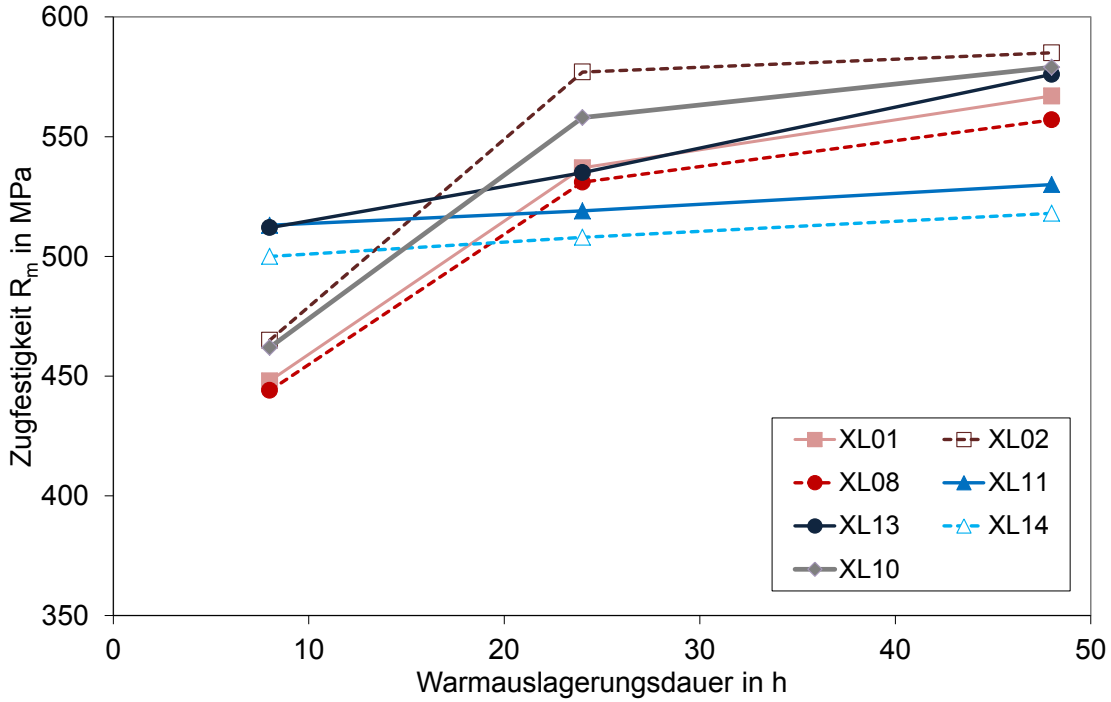


Abb. 5-31: Zugfestigkeitsentwicklung (R_m, absolute Messunsicherheit ± 3 MPa) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; L-Richtung.

An dieser Stelle sei darauf hingewiesen, dass die Ergebnisse zu den mechanischen Kenngrößen jeweils nur auf einem einzigen Versuch basieren, so dass keine Standardabweichung berechnet werden kann. Die verwendete Kraftmessdose ist nach DIN EN ISO 7500-1 abgenommen und hat eine Genauigkeit von 1 %. Die Messunsicherheit für den Zugversuch wurde gemäß CAW 15261-2 mit einer erweiterten Messunsicherheit (k=2) und einem 95 %igem Vertrauensniveau bestimmt. Typischerweise rechnet man bei

Zugversuchen im industriellen Maßstab mit Abweichungen von 3 MPa für R_m, 2 MPa für $R_{p0,2}$ und 0,4 % für A_5.

Abb. 5-31 zeigt die graphische Auftragung der Zugfestigkeiten aller untersuchten Legierungen über die Warmauslagerungsdauer. Die Referenzlegierung XL10 weist mit zunehmender Warmauslagerungsdauer einen kontinuierlichen Festigkeitsanstieg auf und erreicht bei einer Warmauslagerung von 153 °C nach 48 h eine Zugfestigkeit von 579 MPa. Die Graphen der Legierungen XL01, XL02 und XL08 verlaufen nahezu parallel zu dem der Referenzlegierung XL10. Die Si-haltige, aber Ag-freie Legierung XL01 hat über die gesamte Warmauslagerungsdauer etwa 20 MPa weniger Zugfestigkeit als die Referenzlegierung XL10. Die Legierung XL02 hat dieselbe Zusammensetzung wie die Legierung XL01, jedoch einen Ag-Gehalt von 0,5 Gew. Sie zeigt höhere Zugfestigkeitswerte als die Legierung XL10 und erreicht nach einer Warmauslagerungsdauer von 48 h mit 534 MPa die höchste Festigkeit von allen untersuchten Legierungen. Die Versuchslegierung XL08 (Ag- und Si-frei) liegt mit bis zu 27 MPa Differenz deutlich unterhalb der Festigkeit der Referenzlegierung.

In Abb. 5-31 wird deutlich, dass die Legierungen XL11, XL13 und XL14, die sich im Wesentlichen durch einen Mg-Gehalt von 1,1 Gew.% von den anderen untersuchten Legierungen (mit 0,3-0,5 Gew.% Mg) unterscheiden, nach einer Warmauslagerungsdauer von 8 h ein deutlich höheres Festigkeitspotential (> 50 MPa Differenz) als die Referenzlegierung und alle anderen Versuchslegierungen aufweisen. Die Graphen der Legierungen XL11 und XL14 (1,1 Gew.% Mg und ~3,5 Gew.% Cu) verlaufen über die gesamte Warmauslagerungsdauer parallel zueinander und haben eine nahezu gleichbleibende Steigung, so dass sie bereits nach einer Warmauslagerungsdauer von 24 h deutlich unter dem Festigkeitsniveau der Legierung XL10 liegen. Die Ag-freie Legierung XL14 hat nach 48 h eine Zugfestigkeit von 518 MPa und die Ag-haltige Versuchslegierung XL11 (0,5 Gew.% Ag) weist eine Zugfestigkeit von 530 MPa auf. Die Kurve der Legierung XL13 (4,5 Gew.% Cu) erfährt mit zunehmender Warmauslagerungsdauer einen steileren Festigkeitsanstieg als die Graphen der

Legierungen XL11 und XL14. Nach 48h hat die Legierung XL13 (mit 576 MPa) das Festigkeitsniveau der Referenzlegierung XL10 erreicht.

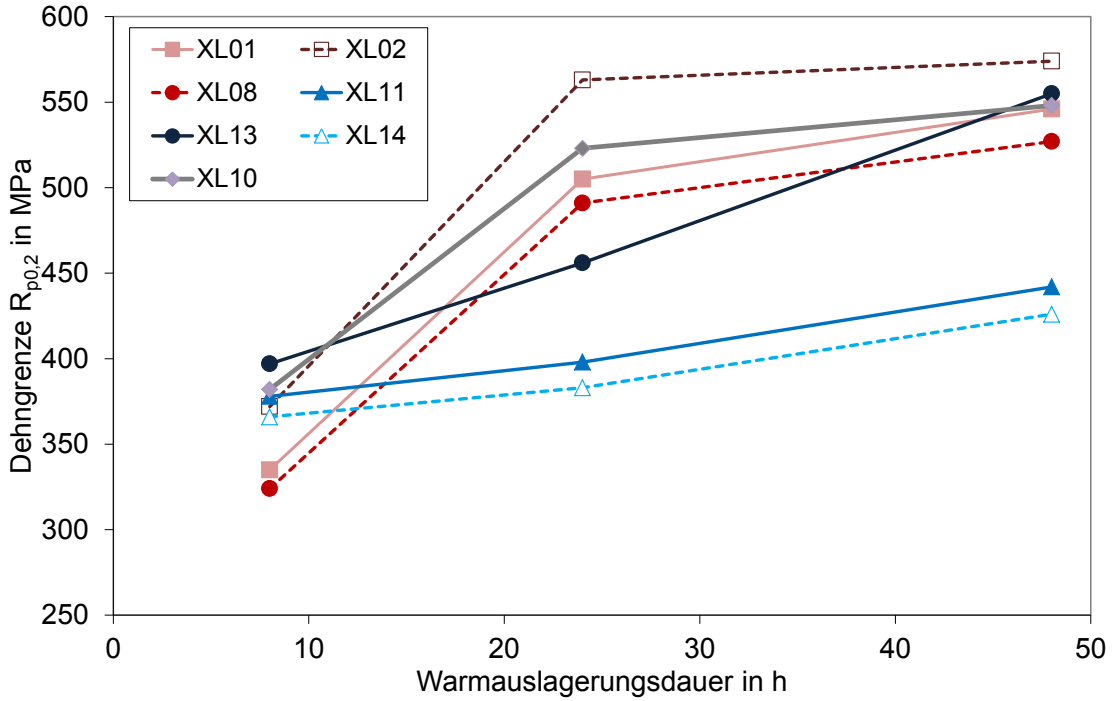


Abb. 5-32: 0,2 % Dehngrenzen ($R_{p0,2}$, absolute Messunsicherheit ± 2 MPa) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; L-Richtung.

In Abb. 5-32 ist die graphische Auftragung der 0,2 % Dehngrenzen aller untersuchten Legierungen über die Warmauslagerungsdauer dargestellt. Die Referenzlegierung XL10 erfährt mit zunehmender Warmauslagerungsdauer einen kontinuierlichen Anstieg in der Dehngrenze und erreicht bei 153 °C nach 48 h einen Wert von 548 MPa. Die Graphen der Legierungen XL01, XL02 und XL08 verlaufen, wie auch in den Auftragungen der Zugfestigkeit, nahezu parallel zu dem der Referenzlegierung XL10. Die Si-haltige, aber Ag-freie Legierung XL01 erreicht nach 48 h Warmauslagerungsdauer dasselbe Festigkeitspotential wie die Legierung XL10. Die Dehngrenze der Ag- und Si-haltigen Versuchslegierung XL02 liegt rund 20 MPa oberhalb der Dehngrenze der Referenzlegierung XL10. Die Versuchslegierung XL08 (Ag- und Si-frei) liegt mit ihrer Dehngrenze bis zu 30 MPa unterhalb des Graphen der Referenzlegierung XL10.

Wie bereits in den Auftragungen der Zugfestigkeit (vgl. Abb. 5-31) beschrieben, haben die Graphen der Legierungen XL11 und XL14 (Mg-Gehalt von 1,1 Gew.%) mit zunehmender Warmauslagerungsdauer eine sehr geringe Steigung und verlaufen nahezu waagerecht. Nach einer Warmauslagerungsdauer von 24 h liegen ihre Dehngrenzen deutlich unter dem Niveau der Legierung XL10. Die Graphen der Legierungen XL11 und XL14 verlaufen über die gesamte Warmauslagerungsdauer parallel zueinander und mit einer nahezu gleichbleibenden Steigung. Die Ag-freie Legierung XL14 hat nach 48 h eine Dehngrenze von 426 MPa. Die Ag-haltige Versuchslegierung XL11 liegt nach 48 h Warmauslagerung mit 442 MPa etwas darüber. Die Dehngrenze der Legierung XL13 erfährt über die Warmauslagerungsdauer einen kontinuierlichen Anstieg und erreicht bei 153 °C nach 48h mit 555 MPa das Niveau der Referenzlegierung XL10.

Abb. 5-33 zeigt die graphische Auftragung der Bruchdehnungen aller untersuchten Legierungen über die Warmauslagerungsdauer bei 153 °C Auslagerungstemperatur.

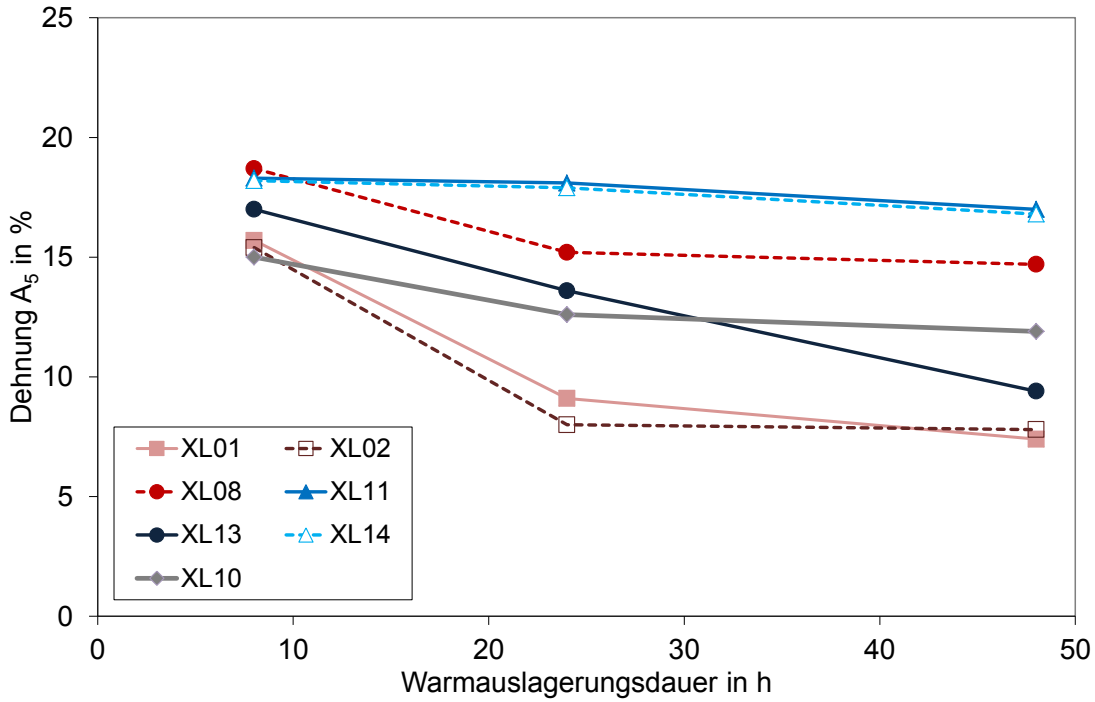


Abb. 5-33: Bruchdehnungsverlauf (A_5, absolute Messunsicherheit ± 0,4 %) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; L-Richtung.

Der Dehnungsverlauf der Referenzlegierung XL10 ist mit zunehmender Warmauslagerungsdauer kaum fallend. Sie weist selbst nach 48 h eine hohe Dehnung von 11,9 % auf und hat über die Warmauslagerungsdauer weniger als 1 % Dehnung verloren.

Der Verlauf der Bruchdehnung der Legierungen XL01, XL02 und XL08 ist über der Warmauslagerungsdauer näherungsweise parallel zum Graphen der Referenzlegierung XL10. Die Si-haltigen Legierungen erfahren einen größeren Dehnungsverlust als die Referenzlegierung XL10. Ihre Graphen fallen bei einer Warmauslagerungsdauer zwischen 8 h und 24 h deutlich steiler ab als der Kurvenverlauf der Referenzlegierung. Die Legierungen XL01 und XL02 weisen ein deutlich schlechteres Dehnungspotential als die Legierung XL10 auf und erreichen nach 48 h einen Wert von 7,8 %. Die Versuchslegierung XL08 hat bessere Dehnungseigenschaften als die Referenzlegierung XL10. Sie liegt bis zur Warmauslagerungsdauer von 48 h durchschnittlich immer rund 3 % über der Referenzlegierung XL10. Die Graphen der Legierungen XL11 und XL14 (Mg-Gehalt von 1,1 Gew. %) verlaufen bis zu einer Warmauslagerungsdauer von 48 h nahezu deckungsgleich und erfahren einen geringen Abfall in der Dehnung im Vergleich zu allen anderen untersuchten Legierungen. Nach 48 h haben sie nur 1 % Dehnung verloren. Der Dehnungsverlauf der Versuchslegierung XL13 fällt mit zunehmender Warmauslagerungsdauer deutlich steiler ab als der der Referenzlegierung, so dass die Legierung XL13 nach 48 h mit 9,4 % unterhalb des Dehnungsniveaus der Legierung XL10 liegt.

6 Diskussion

Durch die Diskussion der Ergebnisse aus dem Zugversuch und den Analysen im TEM soll eine Korrelation zwischen der Mikrostruktur, der chemischen Zusammensetzung der Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 und ihren mechanischen Eigenschaften im Vergleich zur Referenzlegierung XL10 aufgezeigt werden.

6.1 Korrelationen zwischen Mikrogefüge (TEM) und der Brinellhärte und den mechanischen Eigenschaften bei gleichen Warmauslagerungsparametern

In diesem Kapitel werden der Einfluss des Mikrogefüges auf die Brinellhärte (HBW) und die mechanischen Eigenschaften (Zugfestigkeit R_m, Dehngrenze $R_{p0,2}$ und Dehnung A_5) bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h diskutiert. Hierzu werden paarweise die Untersuchungsergebnisse aller Legierungsvarianten verglichen. D. h. die gegenübergestellten Legierungsvarianten unterscheiden sich in ihrer chemischen Zusammensetzung nur in dem Gehalt eines Legierungselements. Ein Unterschied in der Mikrostruktur und/oder den mechanischen Eigenschaften kann so auf den Einfluss der Legierungszusammensetzung zurückgeführt werden.

Die chemische Zusammensetzung der Legierungen XL01 (mit 0,7 Gew.% Si) und XL08 (Si-frei) unterscheidet sich nur durch das Element Si. Aus den nachfolgend diskutierten Ergebnissen kann der Einfluss von 0,7 Gew.% Si abgeleitet werden. Die TEM-Analysen der Mikrostruktur haben gezeigt, dass in beiden Legierungsvarianten die T_1- und Ω-Phase die Hauptphasen im Mikrogefüge sind. S-Phase und β‘ (+δ‘)-Phase wurden in beiden Legierungen als Nebenphase identifiziert. Es ist bekannt, dass β‘- und δ‘-Ausscheidungen eine ähnliche Morphologie aufweisen [Bou98, Gu85] und sogenannte Kompositpartikel bilden, wobei der Kern aus β‘-Phase besteht und von einem Mantel aus δ‘-Phase umgeben ist [Flo87, Fra04, Gao05, Gay84, Whi90]. Der einzige Unterschied in der Mikrostruktur ist die Ausscheidung der θ‘-Phase, als weitere Nebenphase in der Legierung XL08. Die TEM-Analysen an der Si-

haltigen Versuchslegierung XL01 haben ergeben, dass kein Si in der Matrix nachgewiesen wurde. Außer den bereits im Licht- und Rasterelektronenmikroskop ersichtlichen Si-haltigen Primärerstarrungen wurden im TEM keine weiteren Si-Phasen identifiziert.

Die diskutierten Ergebnisse der Legierungen XL01 und XL08 sind in Tabelle 6-1 noch einmal zusammengefasst.

Tabelle 6-1: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der mechanischen Eigenschaften (absolute Messunsicherheit von ± 3 MPa für R_m, ± 2 MPa für $R_{p0,2}$, für A_5 ± 0,4 % und für HBW 2,5/62,5 ± 3 HBW) der Legierungen XL01 und XL08 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h.

Legierung		**XL01**	**XL08**
Warmauslagerungsparameter		153 °C, 24 h	
Unterschiede in chem. Zusammensetzung in Gew.%		0,7 Si	0 Si
Hauptphasen		T_1, Ω	T_1, Ω
Nebenphasen		S	S
		β' (+δ')	β' (+δ')
		-	θ'
Zugfestigkeit R_m in MPa	L	537	531
Dehngrenze $R_{p0,2}$ in MPa		505	491
Dehnung A_5 in %		9	15
Zugfestigkeit R_m in MPa	LT	457	479
Dehngrenze $R_{p0,2}$ in MPa		414	429
Dehnung A_5 in %		10	14
Brinellhärte (HBW 2,5/62,5)		155	155

Die Versuchslegierungen XL01 und XL08 weisen nach einer Warmauslagerungsdauer von 24 h bei 153 °C mit 155 HBW dieselbe Härte auf. Der Si-Zusatz in Legierung XL01 spiegelt sich nicht in den Härtewerten wider. Im Rahmen der Messungenauigkeiten zeigen die beiden Versuchslegierungen in L-Richtung auch keine gravierenden Unterschiede in der Dehngrenze und der Zugfestigkeit. In LT-Richtung liegt die Si-haltige Legierung XL01 22 MPa unterhalb der Zugfestigkeit von XL08 und 15 MPa unterhalb der Dehngrenze von XL08. Die Festigkeitseinbußen der Legierung XL01 sind gegenüber XL08 minimal, so dass hieraus kein eindeutiger Effekt abgeleitet werden kann. Aus der Literatur ist bekannt, dass in Li-freien Legierungen der 6xxx-Reihe

β‘‘ (Mg_2Si)-Phasen den wesentlichen Beitrag zur Festigkeit leisten [Hua91, uDi14]. Die Bildung solcher Phasen wurde in den Untersuchungen der vorliegenden Legierungen jedoch nicht nachgewiesen und ein festigkeitssteigernder Effekt blieb aus. Dieser Befund deckt sich mit den Untersuchungsergebnissen von ud Din et al. [uDi14], die zeigten, dass die Zugabe von 1 Gew.% Li in Al-Mg-Si-Legierungen zur verzögerten Bildung von GP-Zonen führt und sich Si in der Al-Li-Phase löst. Des Weiteren behaupten sie, dass die Bildung der AlSiLi-Phase gegenüber der Mg_2Si-Phase begünstigt ist, was mit einem Härteverlust einhergeht. Erst eine weitere Erhöhung des Li-Gehalts (auf > 2 Gew.%) bringt durch die Ausscheidung der Al_3Li- und der AlSiLi-Phase eine Zunahme der Festigkeit. In Widerspruch zu den vorliegenden Untersuchungsergebnissen, in denen kein Si in der Matrix nachgewiesen werden konnte, steht jedoch der Befund von ud Din et al. [uDi14], dass sich auch ein Teil des Si in der Matrix löst. Beim Vergleich der Festigkeit zwischen der Si-haltigen Legierung XL01 und der Si-freien Legierung XL08 wurde kein gravierender Unterschied festgestellt. Der einzige mikrostrukturelle Unterschied zwischen den beiden Legierungen, nämlich die Anwesenheit der θ‘-Phase bei der Legierung XL08, kann demzufolge mit keinem Festigkeitseffekt in Korrelation gebracht werden.

Beim Vergleich der Dehnungswerte wird sowohl in der L- als auch in der LT-Richtung deutlich, dass die Si-haltige Legierung XL01 gegenüber der Si-freien Legierung XL08 eine reduzierte Dehnung aufweist. Eine mikrostrukturelle Korrelation zu der θ‘-Phase ist aus der Literatur nicht bekannt. Die Dehnungsverluste in der Si-haltigen Legierung können daher nur auf die bereits im LiMi und REM sichtbaren Si-haltigen groben Primärerstarrungen (5-10 µm) zurückzuführen sein. Unterstützt wird diese Vermutung durch Aussagen von Vasudévan et al. [Vas89], die beschrieben haben, dass sich in Al-Legierungen während des Gießprozesses Si-, Fe-, Cu- und/oder Mg-reiche Gleichgewichtsphasen bilden können, die die Bruchzähigkeit dramatisch reduzieren. Unerwünscht große Volumenanteile solcher Phase können verhindert werden, indem der Fe- und Si-Gehalt (mit maximal 0,2 Gew.% Fe und 0,1 Gew.% Si) so klein wie möglich gehalten wird [Lew87]. Arbeiten von Srivatsan [Sri86] berichten von der Bildung hoher Volumenanteile grober (1-

10 µm) intermetallischer $Al_{12}(FeMn_3)Si$-Partikel, wenn Si und Fe als Verunreinigungen bzw. höheren Gehalten in Mn-haltigen Al-Cu-Li-Legierungen auftreten.

Die soeben diskutierte Versuchslegierung XL01 ist die Ag-freie Variante der Versuchslegierung XL02, die 0,7 Gew.% Ag enthält. Wie bereits oben beschrieben wurden mit Hilfe von TEM-Analysen die T_1- und Ω-Phase als Hauptphasen sowie S- und β‘(+δ‘)-Phase als Nebenphasen in der Mikrostruktur der Legierung XL01 identifiziert. In der Mikrostruktur der Ag-haltigen Legierung XL02 liegt die θ‘-Phase als weitere Nebenphase vor. Dies ist mikrostrukturell der einzige Unterschied zwischen den Legierungen XL01 und XL02. Die Zugabe von Ag schlägt sich in der Härte der Legierung XL02 von 159 HBW durch einen minimal höheren Wert gegenüber der Härte der Ag-freien Legierung XL01 mit 155 HBW nieder. Der Vergleich der mechanischen Eigenschaften zeigt richtungsunabhängig (d.h. sowohl in L- als auch in LT-Richtung), dass die Ag-haltige Legierung XL02 gegenüber der Ag-freien Legierung XL01 eine deutlich höhere Dehngrenze und Zugfestigkeit hat. Aus der Literatur ist kein direkter festigkeitssteigernder Effekt der θ‘-Phase bekannt. In dem Vergleich der Versuchslegierungen XL01 und XL08 (s.o.), die sich mikrostrukturell ebenfalls nur durch die θ‘-Phase unterschieden, ließ sich daher keine Korrelation zwischen der θ‘-Phase und einem Festigkeitseffekt ableiten, da eine eindeutige Festigkeitszunahme ausblieb.

In Tabelle 6-2 ist eine zusammenfassende Übersicht der identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der mechanischen Eigenschaften der Legierung XL01 und XL02 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h dargestellt.

Tabelle 6-2: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der Brinellhärte sowie der mechanischen Eigenschaften (absolute Messunsicherheit von ± 3 MPa für R_m, ± 2 MPa für $R_{p0,2}$, für A_5 ± 0,4 % und für HBW 2,5/62,5 ± 3 HBW) der Legierungen XL01 und XL02 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h.

Legierung		**XL01**	**XL02**
Warmauslagerungsparameter		153 °C, 24 h	
Unterschiede in chem. Zusammensetzung in Gew.%		0 Ag	0,5 Ag
Hauptphasen		T_1, Ω	T_1, Ω
Nebenphasen		S	S
		β' (+δ')	β' (+δ')
		-	θ'
Zugfestigkeit R_m in MPa	L	537	577
Dehngrenze $R_{p0,2}$ in MPa		505	563
Dehnung A_5 in %		9	8
Zugfestigkeit R_m in MPa	LT	457	515
Dehngrenze $R_{p0,2}$ in MPa		414	492
Dehnung A_5 in %		10	7
Brinellhärte (HBW 2,5/62,5)		155	159

Unter der Annahme, dass die Festigkeitszunahme der Ag-haltigen Legierung XL02 gegenüber der Ag-freien Legierung XL01 nicht mit der θ‘-Phase zu begründen ist, kann sie nur auf das Legierungselement Ag zurückgeführt werden. Unterstützt wird diese Vermutung durch Untersuchungen von Warner [War06]. Warner beschreibt an Legierungen der Familie Weldalite (z. B. AA2050), dass die Zugabe von Ag die Festigkeitszunahme während der Alterung signifikant begünstigt. Des Weiteren berichten Huang und Ardell [Hua98], dass Ag die Bildung der T_1-Phase fördert und sich positiv auf die Mischkristall- und Ausscheidungshärtung auswirkt [Rio12]. Zhong et al. [Zho14] erklären den Effekt der Ag-Zugabe damit, dass sich im Anfangsstadium der Alterung Mg-Cu- und Ag-Li-Leerstellen bilden. Mit zunehmender Alterung sammeln sich aufgrund der starken Wechselwirkungen Li- und Cu-Atome um die Cluster aus Mg-Cu und Ag-Li-Leerstellen an. Die Existenz von Mg-Cu- und Ag-Li-Leerstellen sowie Ag-Mg-Clustern führt zu einer Abnahme der Aktivierungsenergie für die Keimbildung und erhöht die Anzahl der Keimbildungsorte für GP-Zonen, was zugleich mit einer Erhöhung der Keimbildungsenergie für die T_1-Phase einhergeht. Dementsprechend kann sich

die stabile ternäre T_1-Phase in kürzester Zeit bilden [Hua98, Khan08]. Murayama et al. [Mur01] hingegen behaupten zwar, dass sich in Al-Li-Legierungen keine Ag-Mg-Cluster bilden, sich die T_1-Phase jedoch an der Grenzfläche zwischen den θ‘-Phasen und der Matrix ausscheidet.

Vor diesem Hintergrund lässt sich vermuten, dass durch die Zugabe von Ag die Ausscheidung der T_1-Phase begünstigt wurde. Diese kann sich nun an den Grenzflächen zwischen θ‘-Phase und Matrix ausscheiden. Die Anwesenheit der θ‘-Phase liefert somit einen indirekten Beitrag für die Festigkeitszunahme. In Legierung XL08 liegt zwar die θ‘-Phase vor, jedoch bleibt hier eine Festigkeitszunahme gegenüber der Legierung XL01 aus. Ag fehlt als Legierungselement, so dass eine weitere Festigkeitssteigerung durch eine erhöhte Bildung der T_1-Phase nicht zustande kommt.

Im Widerspruch zu dieser Vermutung stehen jedoch weitere Befunde von Khan und Robinson [Khan08], die die Ausscheidung der T_1-Phase als Funktion des Li/Cu-Verhältnisses der Legierung untersucht haben. Die beschriebene Wirkung von Ag auf die Ausscheidung der GP-Zonen und die daraus folgende Förderung der T_1-Phasen ist nur in Legierungen mit einem hohen Li/Cu-Verhältnis (> 0,5) gegeben. In Legierungen mit einem kleinen Li/Cu-Verhältnis (0,24-0,28) ist der Ag-Effekt aufgrund der Cu-Übersättigung in der Matrix verdeckt, die eine größere treibende Kraft für die Keimbildung der GP-Zonen/θ‘ vorsieht. Die untersuchten Versuchslegierungen XL01, XL02 und XL08 weisen alle ein Li/Cu-Verhältnis von ~ 0,29 auf. Der Ag-Effekt wird daher im Folgenden in der Gegenüberstellung der Versuchslegierungen XL11 (Ag-frei) und XL14 (Ag-haltig) weiter diskutiert. Zunächst sei für die Befunde zu den mechanischen Eigenschaften der Legierungen XL01 und XL02 noch ergänzt, dass die Dehnungen der beiden Legierungen keine beachtlichen Unterschiede aufweisen.

Die Legierungen XL11 und XL14 unterscheiden sich in ihrer chemischen Zusammensetzung ausschließlich durch das Legierungselement Ag. Gegenüber den Legierungen XL01, XL02 und XL08 enthalten sie kein Si, aber mit 1,1 Gew.% einen erhöhten Mg-Gehalt. Der Einfluss des erhöhten Mg-Gehalts wird an späterer Stelle durch die Gegenüberstellung von XL08 mit

XL14 diskutiert. Zunächst liegt der Fokus auf dem Unterschied im Ag-Gehalt, als dass die Legierung XL11 0,5 Gew%. Ag enthält und die Legierung XL14 dagegen Ag-frei ist. Bei gleichen Warmauslagerungsparametern (von 153°C, 24 h) wird das Mikrogefüge beider Legierungen von der S-Phase dominiert. In erheblich geringeren Anteilen liegen ebenfalls in beiden Legierungen die β‘(+δ)- und θ‘-Phase vor. Der mikrostrukturelle Unterschied zwischen den Legierungen XL11 und XL14 besteht darin, dass die Ag-freie Legierung XL14 keine T_1- und/oder Ω-Phase aufweist. In der Ag-haltigen Legierung XL11 ist die T_1-Phase in geringen Anteilen und bereits in einem sehr frühen Stadium der Inkubationszeit vorhanden. Die Ausscheidung bzw. Keimbildung der T_1-Phase scheint auf das Legierungselement Ag zurückzuführen zu sein. Dieser Befund wurde ebenfalls von [Mud89], [Rin95] und [Sil60] festgestellt, die berichten, dass die Keimbildung der T_1-Phase ohne ein weiteres Legierungselement (wie z. B. Ag) schwierig ist. Des Weiteren bekräftigt die oben angestellte Vermutung, die aus den Untersuchungsergebnissen der Versuchslegierungen XL01 und XL02 abgeleitet wurde, dass die Zugabe von Ag die Ausscheidung der T_1-Phase begünstigt. Zu diesem Befund kamen auch Huang und Zheng [Hua98], die schlussfolgerten, dass die kombinierte Zugabe von Mg und Ag die Ausscheidung der T_1-Phase fördert.

Die Ag-haltige Versuchslegierung XL11 weist nach einer Warmauslagerungsdauer von 24 h bei 153 °C eine Brinellhärte von 130 HBW auf, während die Ag-freie Legierung XL14 mit 133 HBW eine vergleichbare Härte hat. Die Bildung der T_1-Phase zeigt in diesem Fall keine Auswirkungen auf die Brinellhärte.

Die Ag-haltige Versuchslegierung XL11 hat in L-Richtung eine 11 MPa höhere Dehngrenze und 15 MPa mehr Zugfestigkeit als die Legierung XL14. In LT-Richtung liegen keine signifikanten Festigkeitsunterschiede zwischen den beiden Legierungen vor. Die Bildung der T_1-Phase in Legierung XL11 spiegelt sich somit auch nicht eindeutig in einer Festigkeitszunahme der Ag-haltigen Legierung wider.

In der Dehnung gibt es keine Unterschiede zwischen den beiden Legierungen.

Die identifizierten Haupt- und Nebenphasen und die mechanischen Eigenschaften der Legierung XL14 und XL11 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h sind in Tabelle 6-3 noch einmal zusammengefasst gegenübergestellt.

Tabelle 6-3: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der Brinellhärte sowie der mechanischen Eigenschaften (absolute Messunsicherheit von ± 3 MPa für R_m, ± 2 MPa für $R_{p0,2}$, für A_5 ± 0,4 % und für HBW 2,5/62,5 ± 3 HBW) der Legierungen XL11 und XL14 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h.

Legierung		**XL14**	**XL11**
Warmauslagerungsparameter		153 °C, 24 h	
Unterschiede in chem. Zusammensetzung in Gew.%		0 Ag	0,5 Ag
Hauptphasen		S	S
Nebenphasen		-	(T_1)
		β' (+δ')	β' (+δ')
		θ'	θ'
Zugfestigkeit R_m in MPa	L	508	519
Dehngrenze $R_{p0,2}$ in MPa		383	398
Dehnung A_5 in %		18	18
Zugfestigkeit R_m in MPa	LT	466	461
Dehngrenze $R_{p0,2}$ in MPa		347	346
Dehnung A_5 in %		20	21
Brinellhärte (HBW 2,5/62,5)		133	130

Zusammenfassend dargestellt, bekräftigt der Befund aus dem Vergleich der Legierungen XL01 (Ag-frei) mit XL02 (Ag-haltig) die Ergebnisse von [War06], dass die Zugabe von Ag eine Festigkeitszunahme begünstigt. Eine Aussage bezüglich der T_1-Phase kann hieraus jedoch nicht abgeleitet werden, da sie sowohl in der Ag-haltigen als auch in der Ag-freien Legierung nachgewiesen wurde. Ein erheblich größerer Umfang an TEM-Analysen wäre erforderlich, um präzise und belastbare Aussagen zu der genauen Anzahl der T_1-Phase in der jeweiligen Legierung zu machen, die detaillierter als die bisherige Unterscheidung in Haupt- und Nebenphase sind (vgl. Kap. 7).

Der Befund der Untersuchungsergebnisse der Ag-haltigen Legierung XL11 und Ag-freien Legierung XL14 unterstreicht die These, dass Ag die Bildung der T_1-Phase fördert [Hua98, Mud89, Rin95, Sil60, Zho14]. Jedoch ist zu beachten,

dass die T_1-Phase nur in einem sehr frühen Stadium ihrer Bildung und in sehr geringen Anteilen erster Keime nachgewiesen wurde. Da sich an dieser Stelle jedoch nur in L-Richtung eine leichte Festigkeitszunahme bei der Ag-haltigen Legierung gegenüber der Ag-freien Legierung zeigt und der Effekt in LT-Richtung ganz ausbleibt, ist ein festigkeitssteigernder Ag-Effekt nicht eindeutig. Die Aussagen von [Khan08], dass in Legierungen mit einem kleinen Li/Cu-Verhältnis (0,24-0,28) der Ag-Effekt aufgrund der Cu-Übersättigung in der Matrix verdeckt wird, weil eine größere treibende Kraft für die Keimbildung der GP-Zonen/θ‘ vorherrscht, können nicht eindeutig widerlegt werden. Die θ‘-Phase liegt in beiden Legierungen als Nebenphase vor, so dass auch hier kein Zusammenhang zu den Unterschieden in der Festigkeit abgeleitet werden kann.

Eindeutig ist, dass es keine Korrelation zwischen den Ausscheidungen der T_1-, Ω- und/oder der θ‘-Phase mit der Dehnung gibt, da diese richtungsunabhängig in beiden Legierungen identisch ist.

Durch den Vergleich der Versuchslegierungen XL08 und XL14 soll der Einfluss eines erhöhten Mg-Gehalts diskutiert werden. Die Versuchslegierung XL14 weist mit 1,1 Gew.% Mg deutlich mehr Mg als die Legierung XL08 mit 0,5 Gew.% Mg auf. Darüber hinaus gibt es keine Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung der beiden genannten Legierungen. Wie bereits oben beschrieben, wurden die T_1- und Ω-Phase als Hauptphasen im Mikrogefüge der Legierung XL08 analysiert. Als Nebenphasen liegen die S-, β‘(+δ)- und θ‘-Phase vor. Durch die Erhöhung des Mg-Gehalts auf 1,1 Gew.% wurde im Mikrogefüge der Legierung XL14 ein vermehrtes Ausscheiden der S-Phase beobachtet, so dass diese nun als Hauptphase identifiziert wurde. T_1- und Ω-Phase, die Hauptphasen der Legierung XL08, liegen in der Legierung XL14 gar nicht mehr vor. Auf β‘(+δ)- und θ‘-Phase als Nebenphasen hatte die Erhöhung des Mg-Gehalts keine Auswirkungen. Sie wurden in der Mikrostruktur der Legierung XL14 genauso wie im Gefüge der Legierung XL08 identifiziert. Der erhöhte Mg-Gehalt der Legierung XL14 schlägt sich im Vergleich der Härtewerte in Form einer deutlichen Reduzierung der Brinellhärte nieder. Die Versuchslegierung XL08 (0,5 Gew.% Mg) weist eine Brinellhärte von 155 HBW

auf, wohingegen Legierung XL14 (1,1 Gew.%Mg) mit 133 HBW eine deutlich reduzierte Härte aufweist. Richtungsunabhängig (d.h. sowohl in L- als auch in LT-Richtung) hat die Legierung XL14 auch eine geringere Zugfestigkeit als die Legierung XL08. Im Vergleich der Dehngrenzen ist der Festigkeitsverlust bei der Legierung XL14 gegenüber der Legierung XL11 (richtungsunabhängig) noch deutlicher ausgeprägt. Dieser Befund deckt sich mit den Annahmen von Huang et al. [Hua98], die davon ausgehen, dass Mg keine eigenen Ausscheidungen bildet und sich durch Substitution von Li an die T_1-Phase (Al_2CuLi) anlagert. Dies ist eine mögliche Erklärung für die vermehrte Bildung der S-Phase (Al_2CuMg) als Hauptphase bei erhöhtem Mg-Gehalt. Die weitere Annahme, dass die Substitution von Li durch Mg einen festigkeitssteigernden Beitrag liefert [Bro12a, Bro12b, Giu07, Giu08], muss jedoch relativiert werden. Die vermehrte Bildung der S-Phase und die Abwesenheit der T_1- und Ω-Phase korrelieren in den vorliegenden Untersuchungsergebnissen mit einer deutlichen Reduzierung der Festigkeit. Der Befund zeigt, dass die S-Phase als Hauptphase nicht ausreicht, um das Festigkeitsniveau, welches zuvor in der Legierung XL08 durch die Bildung der T_1- und Ω-Phase gegeben war, aufrecht zu erhalten oder gar zu erhöhen.

Die Dehnungen der beiden Legierungen XL08 und XL14 weisen keine beachtlichen Unterschiede auf. Durch die Erhöhung des Mg-Gehalts in der Legierung XL14 wurde nur eine leichte Verbesserung der Dehnung herbeigeführt.

Tabelle 6-4 zeigt die identifizierten Haupt- und Nebenphasen und die mechanischen Eigenschaften der Legierung XL08 und XL14 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h im Überblick.

Tabelle 6-4: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der Brinellhärte sowie der mechanischen Eigenschaften (absolute Messunsicherheit von ± 3 MPa für R_m, ± 2 MPa für $R_{p0,2}$, für A_5 ± 0,4 % und für HBW 2,5/62,5 ± 3 HBW) der Legierungen XL08 und XL14 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h.

Legierung		**XL08**	**XL14**
Warmauslagerungsparameter		153 °C, 24 h	
Unterschiede in chem. Zusammensetzung in Gew.%		0,5 Mg	1,1 Mg
Hauptphasen		T_1, Ω	-
		-	S
Nebenphasen		S	-
		β' (+δ')	β' (+δ')
		θ'	θ'
Zugfestigkeit R_m in MPa	L	531	508
Dehngrenze $R_{p0,2}$ in MPa		491	383
Dehnung A_5 in %		15	18
Zugfestigkeit R_m in MPa	LT	479	466
Dehngrenze $R_{p0,2}$ in MPa		429	347
Dehnung A_5 in %		14	20
Brinellhärte (HBW 2,5/62,5)		155	133

Die Versuchslegierung XL13 hat denselben Ag-Gehalt wie die Legierung XL11 (von 0,5 Gew.% Ag), unterscheidet sich in ihrer chemischen Zusammensetzung jedoch durch einen erhöhten Cu-Gehalt von 4,4 Gew.%. Die TEM-Analysen haben gezeigt, dass das Mikrogefüge der Legierung XL13 wie auch das der Legierungen XL14 und XL11 von der S-Phase dominiert wird. An vorangegangener Stelle wurde gezeigt, dass dies auf den erhöhten Mg-Gehalt von 1,1 Gew.% zurückzuführen ist. In beiden Legierungen, d. h. unabhängig vom Cu-Gehalt liegen die β‘(+δ)- und θ‘-Phase als Nebenphase in der Mikrostruktur vor. Da die S-, β‘ (+δ‘)- und θ‘-Phase in den genannten Versuchslegierungen gleichermaßen vorkommen, kann daraus keine Korrelation zu den mechanischen Eigenschaften der Legierungen abgeleitet werden.

Anders als in den Versuchslegierungen XL11 und XL14 wurden in der Mikrostruktur der Legierung XL13 etliche Ausscheidungen der T_1- und Ω-Phase identifiziert, die sich in einem fortgeschrittenen Inkubationsstadium befanden. Mit der Erhöhung des Cu-Gehalts geht eine deutliche Zunahme der Härte

einher. Die Legierung XL13 (4,4 Gew.% Cu) weist mit 150 HBW eine höhere Härte als die Legierung XL11 (3,5 Gew.% Cu) auf. Die Erhöhung des Cu-Gehalts verzeichnet die Legierung XL13 richtungsunabhängig in eine deutliche Steigerung der Dehngrenze und eine noch drastischere Zunahme der Zugfestigkeit. Die Befunde zeigen einen Zusammenhang zwischen der Erhöhung des Cu-Gehalts, einer vermehrten Anzahl an T_1-Phase und einer deutlichen Steigerung der Festigkeit auf. Cu wirkt in Al-Li-X-Legierungen mischkristall- und ausscheidungsverfestigend [Rio12]. Diesen Befund führen Giummarra et al. [Giu07] auf die Bildung von festigkeitssteigernden Phasen wie die T_1- und die θ‘-Phase zurück. Arbeiten von Dorin et al. [Dor12] berichten von ähnlichen Beobachtungen und stellen einen proportionalen Zusammenhang zwischen der Festigkeitszunahme als Funktion des Volumenanteils der T_1-Phase auf. Die Identifizierung der Ω-Phase (in der Versuchslegierung XL13) steht jedoch im Widerspruch zu Untersuchungen von Herring et al. [Her93]. Sie haben ergeben, dass in der Al-Cu-Li-Ag-Mg-Legierung Weldelite 049 keine Ω-, sondern ausschließlich die T_1-Phase als hauptfestigkeitssteigernde Phase vorkommt. In der Legierung XL13 konnte die Ω-Phase jedoch eindeutig identifiziert werden.

Der erhöhte Cu-Gehalt (auf 4,4 Gew.%) und/oder das Ausscheiden der T_1- und Ω-Phase scheinen die Dehnung leicht negativ zu beeinflussen.

Tabelle 6-5 zeigt eine Übersicht der identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der mechanischen Eigenschaften der Legierung XL11 und XL13 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h.

Tabelle 6-5: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der Brinellhärte sowie der mechanischen Eigenschaften (absolute Messunsicherheit von ± 3 MPa für R_m, ± 2 MPa für $R_{p0,2}$, für A_5 ± 0,4 % und für HBW 2,5/62,5 ± 3 HBW) der Legierungen XL11 und XL13 bei gleichen Warmauslagerungsparametern von 153 °C, 24 h.

Legierung		**XL11**	**XL13**
Warmauslagerungsparameter		153 °C, 24 h	
Unterschiede in chem. Zusammensetzung in Gew.%		3,5 Cu	4,4 Cu
Hauptphasen		S	S
Nebenphasen		(T_1)	T_1, Ω
		β' (+δ')	β' (+δ')
		θ'	θ'
Zugfestigkeit R_m in MPa	L	519	535
Dehngrenze $R_{p0,2}$ in MPa		398	456
Dehnung A_5 in %		18	14
Zugfestigkeit R_m in MPa	LT	461	492
Dehngrenze $R_{p0,2}$ in MPa		346	409
Dehnung A_5 in %		21	20
Brinellhärte (HBW 2,5/62,5)		130	150

Schlussfolgerung der vorliegenden Untersuchungsergebnisse ist, dass die Ausscheidung der T_1-Phase erforderlich ist, um das gewünschte Festigkeitsniveau zu erreichen. Unterstützt wird dieses Fazit durch den Befund, dass [Dec13b], [Gab01], [Giu08], [Kha14] und [Wan98] die T_1-Phase zu den Ausscheidungen zählen, die den Hauptbeitrag zur Festigkeitssteigerung liefern. Khan et al. [Kha14] führen dies auf den Verformungsmechanismus der T_1-Phase zurück. Dieser unterscheidet sich von anderen Ausscheidungen (wie z.B. dem der θ‘- und δ‘-Phase), da sie eine hexagonale Struktur mit drei Gleitsystemen besitzt, die schwer von Versetzungen geschnitten werden kann [Kha14]. Die Dehnung scheint durch die der Ausscheidung der T_1–Phase reduziert zu werden.

Die Befunde der vorliegenden Untersuchungen zeigen, dass die T_1-Phase immer in Kombination mit der Ω-Phase vorkommt. Im umgekehrten Fall wurde in keiner Legierung die Ω-Phase allein identifiziert, sondern immer zusammen mit der T_1-Phase. Aus der Literatur ist bekannt, dass die Ω-Phase die mechanischen Eigenschaften einer Al-Cu-Li-X-Legierung bei Raumtemperatur

verbessert [Bou98, Her93]. Vermutlich beeinflusst ihr Auftreten die mechanischen Eigenschaften der Legierungen ähnlich wie das der T_1-Phase.

Die Untersuchungen haben gezeigt, dass eine Erhöhung des Mg-Gehalts auf 1,1 Gew.% die Bildung der S-Phase begünstigt. Im Vergleich der Legierungen XL08 (0,5 Gew% Mg) und XL14 (1,1 Gew.% Mg) wird deutlich, dass die Abwesenheit der T_1- und Ω-Phase und die vermehrte Bildung der S-Phase in einem Festigkeitsverlust resultieren. Wie eine große Anzahl vorangegangener Studien [Che13, Hir97, Hua98, Ito95, Zho14] zeigt, hat die Zugabe von kleinen Mg-Gehalten wie z. B. 0,5 Gew.% Mg in einer Al-Cu-Li-Legierung einen positiven Effekt auf die Aushärtung, da diese beschleunigt wird. Auf die Dehnung wirkt sich die S-Phase leicht positiv aus.

Aus den vorliegenden Befunden konnte kein eindeutiger Zusammenhang zwischen der θ‘-Phase und den mechanischen Eigenschaften abgeleitet werden. Die θ‘-Phase wurde in allen Ag-haltigen Legierungen nachgewiesen, jedoch auch in Ag-freien Legierungen, wie z. B. der Versuchslegierung XL08. Khan et al. [Khan08] beschreiben ein Li/Cu-Verhältnis von ~0,29, wie es in den Legierungen XL01, XL02 und XL08 vorkommt, als treibende Kraft für die Keimbildung der θ‘-Phase. Im Widerspruch zu dieser Aussage steht jedoch der Befund, dass die θ‘-Phase nicht in der Legierung XL01 vorkommt.

Khanikar et al. [Kha14] beschreiben, dass θ‘- und δ‘-Ausscheidungen keine signifikant anderen Gitterparameter als die Matrix aufweisen, und ergänzen, dass die δ‘-Ausscheidungen dasselbe Gleitsystem wie die Al-Matrix haben, was folglich auch die Materialeigenschaften im Vergleich zur Matrix nicht wesentlich ändert [Kha14].

Die Befunde der vorliegenden Untersuchungsergebnisse haben jedoch gezeigt, dass die β‘- und δ‘-Phase in allen untersuchten Legierungen ausschließlich als sogenannte Kompositpartikel vorkommen, wobei ein Kern aus β‘-Phase von einem Mantel aus δ‘-Phase umgeben ist [Flo87, Fra04, Gao05, Gay84, Whi09]. Weder β‘-Phase noch δ‘-Phase wurden einzeln identifiziert. Es hat sich gezeigt, dass β‘-Dispersoide als heterogene Keimbildungsorte für δ‘-Phasen dienen [Che00, Kha14]. Da die Kompositpartikel anfänglich größer als die umliegenden β‘-freien δ‘-Phasen sind, wachsen diese auf Kosten der kleinen Phasen heran

[Gu85]. Dies hat zur Folge, dass mehr Kompositpartikel als einzelne δ‘-Phasen vorhanden sind [Mak84]. Eine Korrelation zu den mechanischen Eigenschaften konnte aus den vorliegenden Befunden nicht abgeleitet werden, da die Phasen unabhängig von den unterschiedlichen Legierungszusammensetzungen und den daraus resultierenden mechanischen Eigenschaften gleichermaßen vorlagen.

6.2 Einfluss des Mikrogefüges (TEM) auf die Brinellhärte und die mechanischen Eigenschaften mit zunehmender Warmauslagerungsdauer

In diesem Kapitel wird der Einfluss des Mikrogefüges auf die Brinellhärte und die mechanischen Eigenschaften (Zugfestigkeit R_m, Dehngrenze $R_{p0,2}$ und Dehnung A_5) mit zunehmender Warmauslagerungsdauer von 8 h, 24 h und 48 h am Beispiel der Versuchslegierung XL13 diskutiert. Die Warmauslagerungstemperatur beträgt dabei jeweils 153 °C.

Motivation dieser Auswertung waren die Ergebnisse aus dem Zugversuch. Abb. 6-1 zeigt die Entwicklung der Dehngrenze (in L-Richtung) über die Warmauslagerungsdauer von 8-48 h bei einer Temperatur von 153 °C. Die Graphen der Versuchslegierung XL13 und der Referenzlegierung XL10 sind vergleichend dargestellt. Die Referenzlegierung XL10 erfährt bereits zwischen einer Warmauslagerungsdauer von 8 h und 24 h eine starke Zunahme der Dehngrenze. Die Dehngrenze nimmt rapide zu und erreicht nach 24 h in L-Richtung einen Wert von 523 MPa. Mit weiterer Warmauslagerungsdauer ist der Zuwachs der Dehngrenze erheblich geringer als zuvor beschrieben. Die Versuchslegierung XL13 erreicht nach 48 h Warmauslagerungsdauer zwar dasselbe Festigkeitsniveau wie die Referenzlegierung XL10, jedoch erfolgt der Zuwachs in der Dehngrenze über die Warmauslagerungsdauer von 8-48 h linear und nicht sprunghaft, so dass sie nach einer Warmauslagerungsdauer von 24 h zunächst nur eine Dehngrenze von 456 MPa aufweist.

Ein ähnliches Bild zeigt sich ebenfalls für die Dehngrenzen in LT-Richtung. Auch die Zugfestigkeit und die Brinellhärte weisen eine vergleichbare Charakteristik auf (vgl. Tabelle 6-6), so dass im Folgenden nur der

Zusammenhang zwischen der Dehngrenze in L-Richtung der Entwicklung der Mikrostruktur diskutiert wird. Aus der Korrelation zwischen der Entwicklung der Mikrostruktur und den beschriebenen Erkenntnissen aus dem Zugversuch sollen weitere Befunde über die Wirkung der Phasen auf die mechanischen Eigenschaften abgeleitet werden.

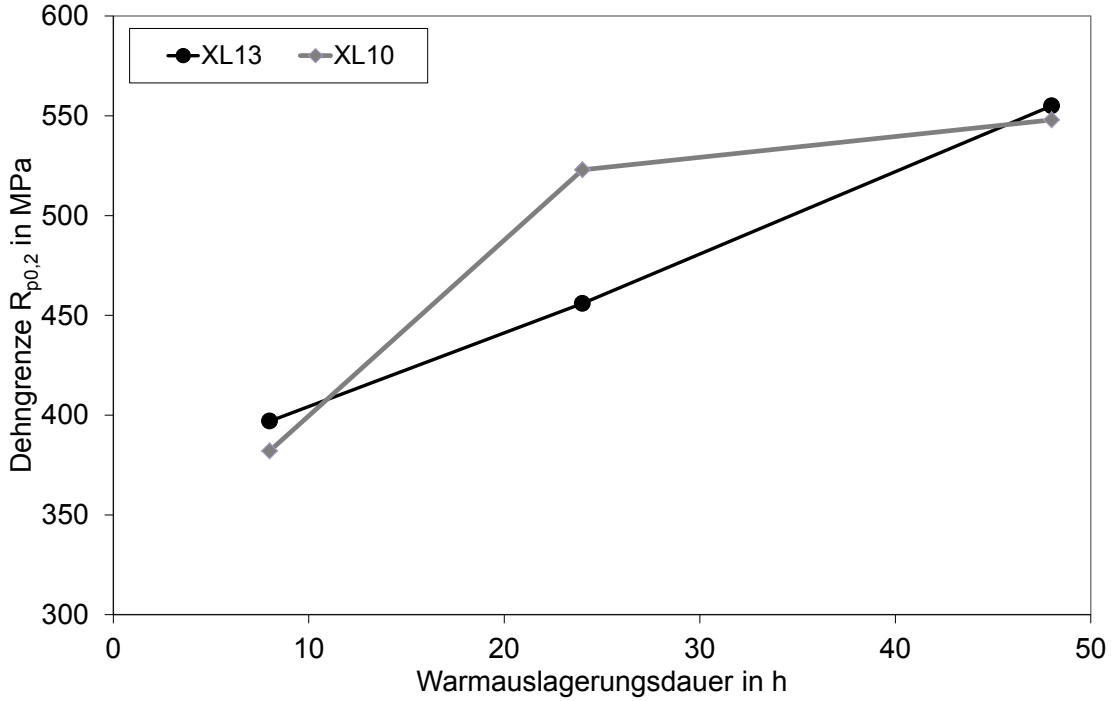


Abb. 6-1: Entwicklung der Dehngrenzen ($R_{p0,2}$, absolute Messunsicherheit ± 2 MPa) der Versuchslegierung XL13 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; L-Richtung.

Nach einer Warmauslagerungsdauer von 8 h wurden mit Hilfe von TEM-Untersuchungen in der Mikrostruktur der Versuchslegierung XL13 S-, T_1- und β‘(+δ)-Phase identifiziert. Sie waren zunächst nur in kleinen Mengen vorhanden und wurden daher zu den Nebenphasen gezählt. Abb. 6-2 zeigt eine DF-STEM- (Abb. 6-2 a)) und eine zugehörige DF-CTEM-Aufnahme (Abb. 6-2 b)) der Legierung XL13 im Warmauslagerungszustand 153 °C, 8 h. In beiden Aufnahmen konnten noch keine charakteristischen plattenförmigen Ausscheidungen der T_1-Phase identifiziert werden. Im zugehörigen DF-CTEM-Beugungsbild können (im Bereich innerhalb der Blende, vgl. Abb. 6-2 c) und Abb. 6-2 d)) jedoch bereits sehr schwache Reflexe der T_1-Phase identifiziert

werden, was beweist, dass die T_1-Phase durchaus existiert, sich aber erst in einem sehr frühen Keimbildungsstadium befindet.

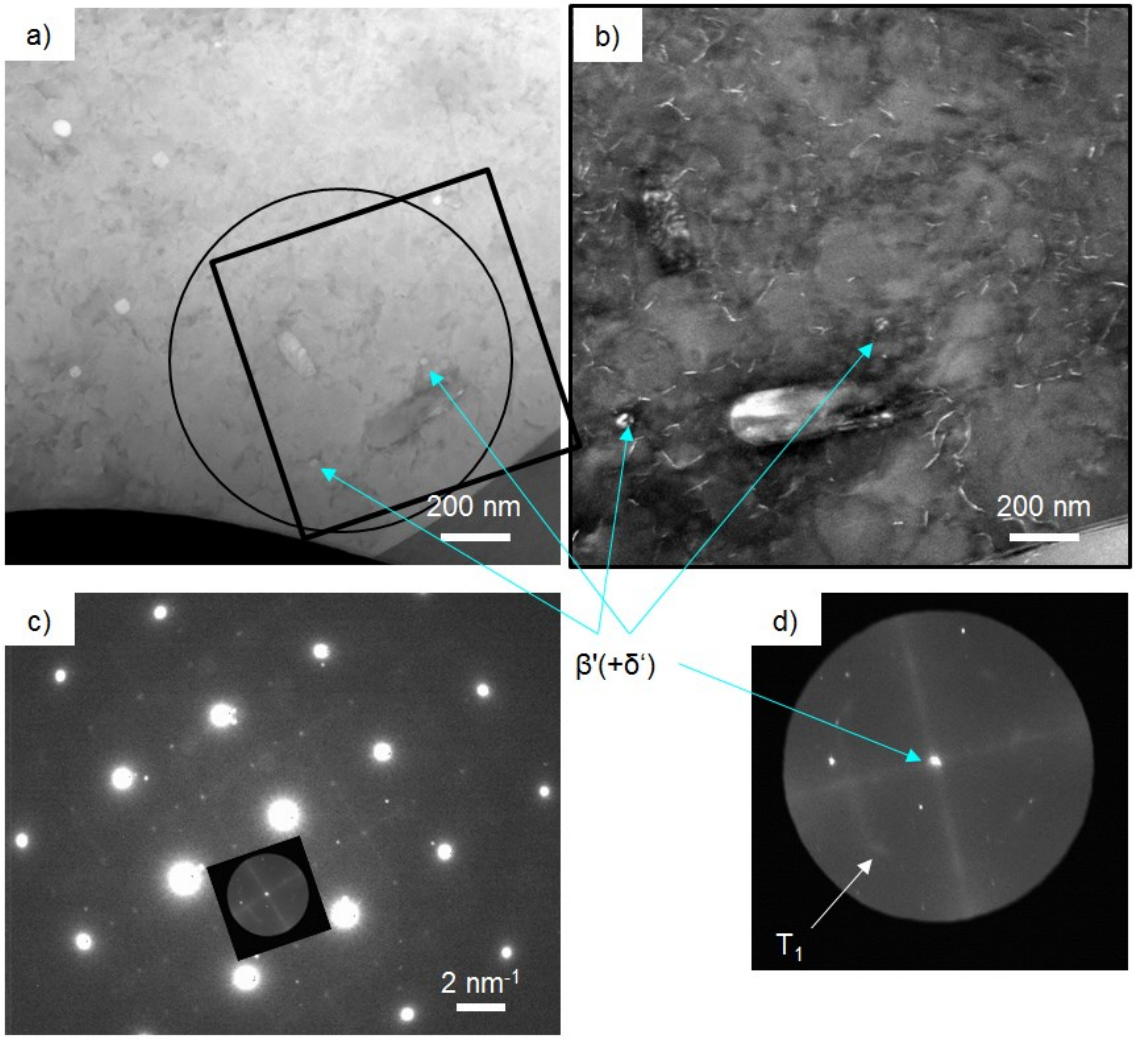


Abb. 6-2: DF-STEM-Aufnahme (a), DF-CTEM-Aufnahme (b) mit identifizierter β'(+δ')-Phase und zugehörigem Beugungsbild in ZA $[001]_{Al}$ mit identifizierten Reflexen der β'(+δ') und T_1-Phase der Legierung XL13, Warmauslagerungszustand 153 °C, 8 h (c) Detailausschnitt mit besserer Auflösung des Beugungsbilds (d)

Die HF- und DF-STEM-Aufnahme in Abb. 6-3 zeigen Versetzungsstrukturen, die in <110> orientiert sind. Versetzungen können als Keimbildungsorte von Phasen dienen. Aus der Literatur [Cas91a] ist bekannt, dass die Spaltung von Versetzungen in Partialversetzungen eine Vorstufe für die Keimbildung der T_1-Phase sein kann. Abb. 6-3 c) und Abb. 6-3 d) zeigen die Detailaufnahme eines Versetzungsrings (Loop), der genau wie die T_1-Phase auf der {111}-Ebene liegt.

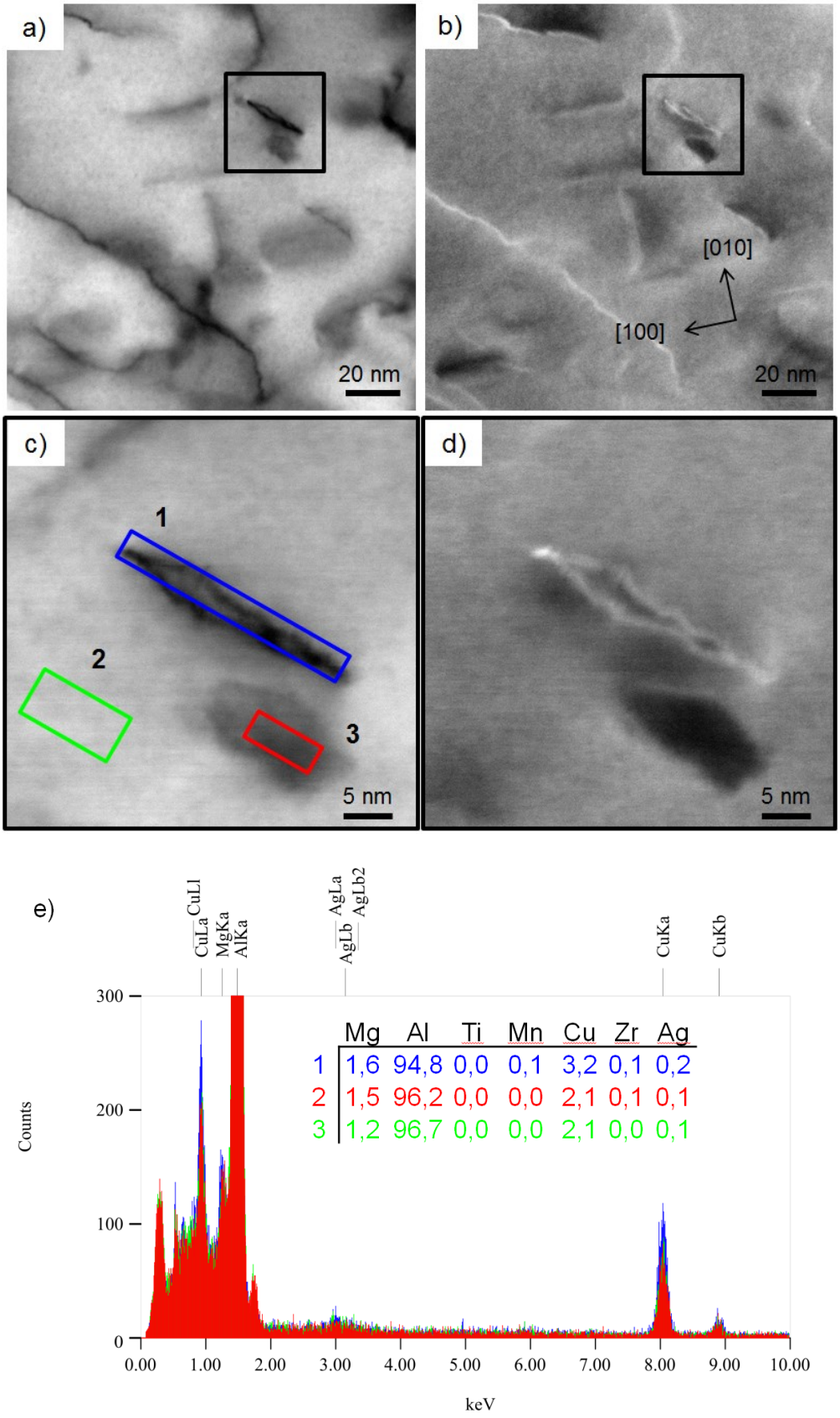


Abb. 6-3: HF-STEM-Aufnahme (a+c) und BF-STEM-Aufnahme (b+d) in ZA $[001]_{Al}$ der Legierung XL13 (153 °C, 8 h) mit Versetzungslinien in <110> und zugehörigen EDX-Analysen (e)

Durch EDX-Analysen an diesem Versetzungsring (vgl. Abb. 6-3 e)) wurden Ansammlungen von Cu und Mg gemessen, was chemisch einen weiteren Hinweis auf die Bildung der T_1-Phase liefert.

Mit zunehmender Warmauslagerungsdauer von 24 h kristallisierte sich die S-Phase zu einer Hauptphase heraus. T_1-, Ω-, β‘(+δ‘)- und θ‘-Phase lagen als Nebenphasen vor. Einhergehend mit der beschriebenen Phasenentwicklung, erfuhr die Legierung einen richtungsunabhängigen Zuwachs in der Dehngrenze und in der Zugfestigkeit. Nach einer Warmauslagerungsdauer von 48 h war der Volumenanteil an T_1- und Ω-Phase derart angewachsen, dass diese neben der S-Phase nun auch zu den Hauptphasen im Mikrogefüge der Legierung XL13 gezählt werden konnten. Als Nebenphasen lagen nach wie vor β‘(+δ‘)- und θ‘-Phase vor. Die Dehngrenze und die Zugfestigkeit waren richtungsunabhängig weiter angestiegen.

Die Vermutung liegt nahe, dass die T_1- und Ω-Phasen als Hauptphasen erforderlich sind, um das gewünschte Festigkeitsniveau zu erreichen und die S-Phase als Hauptphase nicht ausreicht. Unterstützt wird diese These durch den Vergleich der Mikrostruktur der Referenzlegierung nach 24 h. In der Mikrostruktur der Referenzlegierung XL10 wurden bereits nach einer Warmauslagerungsdauer von 24 h T_1- und Ω-Phase als Hauptphasen identifiziert. Nebenphasen sind, wie auch bei der Legierung XL13, die β‘(+δ‘)-Phase und die θ‘-Phase. Es liegt keine S-Phase vor und die Referenzlegierung hat bereits nach 24 h ein vergleichbares Festigkeitsniveau wie die Versuchslegierung XL13 nach 48 h. Dieser Befund zeigt, dass die Bildung der S-Phase nicht zum Erreichen des gewünschten Festigkeitsniveaus ausreichend ist und die Erhöhung des Mg-Gehalts, auf den die vermehrte Bildung der S-Phase zurückzuführen ist, das Ausscheidungsverhalten der T_1- und Ω-Phase verzögert. Dies spiegelt sich in einem flachen Anstieg in der graphischen Auftragung der Dehngrenze über die Auslagerungsdauer wider.

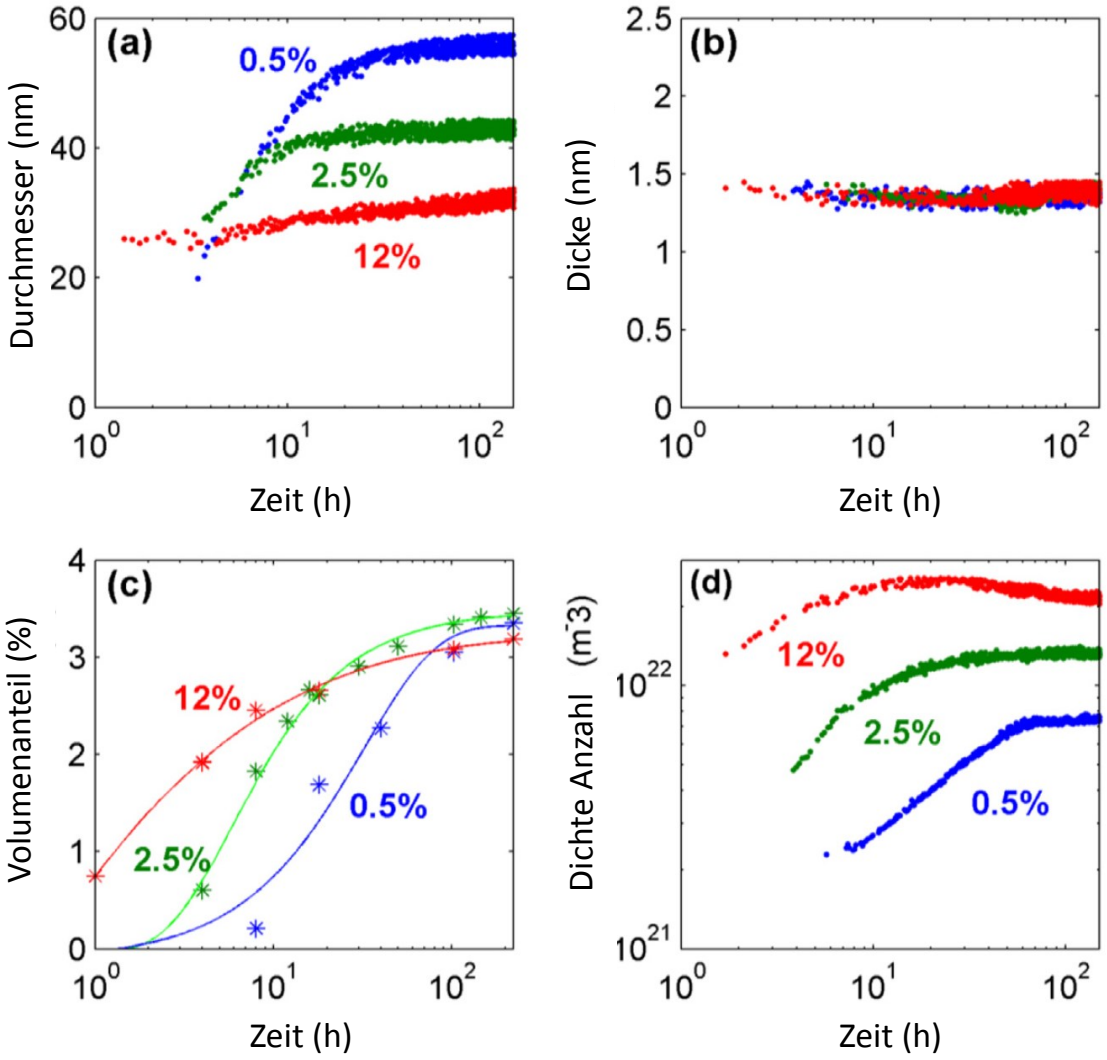


Abb. 6-4: Die Entwicklung des mittleren (a) Durchmessers und (b) der Dicke der T_1-Phase, ermittelt aus Bildern, aufgenommen durch in situ SAXS für drei Verformungsgrade (0,5%, 2,5% und 12%). (c) Entwicklung des Volumenanteils der T_1-Phase, ermittelt durch DSC-Messungen (absolute Messunsicherheit ± 0,1 %) und (d) Dichte der Anzahl an T_1-Phasen während der Warmauslagerung bei 155 °C, [Dor14b]

Arbeiten von Dorin et al. [Dor14b] berichten, dass bei einer konstanten Warmauslagerungstemperatur der Volumenanteil und die Dichte der T_1-Phase, bei gleichbleibender Dicke von 1,3 nm exponentiell ansteigen (vgl. Abb. 6-4). Infolgedessen steht auch die Dehngrenze mit der zunehmenden Warmauslagerungszeit in einem exponentiellen Zusammenhang. Erst im überalterten Zustand, wenn die Dicke der T_1-Phasen zunimmt und der Versetzungsmechanismus von Schneid- zu Umgehungsmechanismus wechselt, kommt es zum Abfall der Festigkeit. Des Weiteren wurde ein

proportionaler Zusammenhang zwischen der Dehngrenze und dem Volumenanteil der T_1-Ausscheidungen festgestellt (vgl. Abb. 6-5). Die Befunde aus der Literatur bekräftigen die aufgestellten Vermutungen im Rahmen der vorliegenden Untersuchungen.

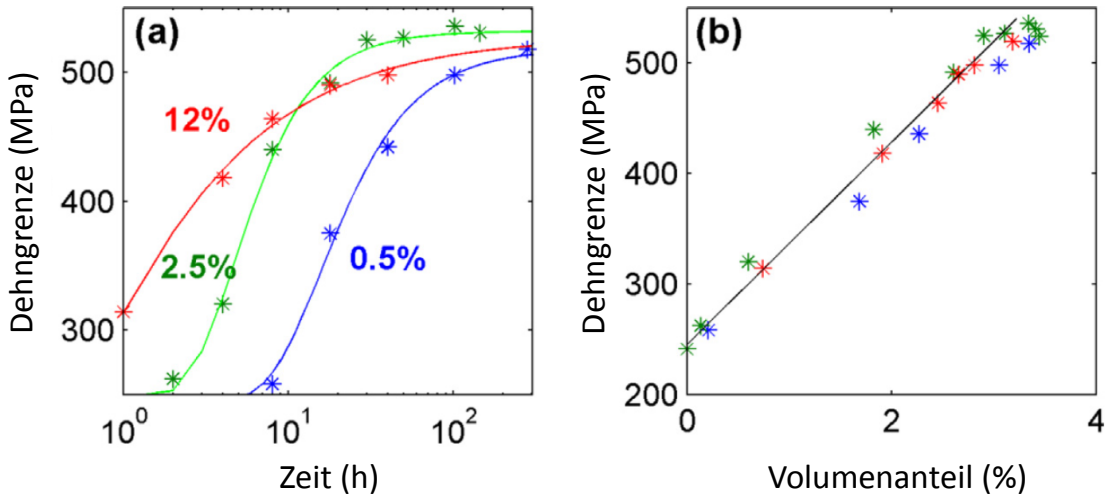


Abb. 6-5: (a) Die Dehngrenze, aufgetragen als Funktion der Auslagerungsdauer und (b) die Entwicklung der Dehngrenze (absolute Messunsicherheit ± 10 MPa) als Funktion des Volumenanteils der T_1-Phase während einer Zweistufenauslagerung von 18 h bei 155 °C und 190 °C an 2,5% vorverformter Probe, [Dor14b]

In Tabelle 6-6 sind die identifizierten Haupt- und Nebenphasen und die mechanischen Eigenschaften der Legierung XL13 nach zunehmender Warmauslagerungsdauer von 8-48 h bei 153 °C den identifizierten Haupt- und Nebenphasen und den mechanischen Eigenschaften der Referenzlegierung XL10 nach einer Warmauslagerung von 153 °C, 24 h gegenübergestellt.

Tabelle 6-6: Übersicht der mittels TEM identifizierten Haupt- und Nebenphasen und der Brinellhärte sowie der mechanischen Eigenschaften (absolute Messunsicherheit von ± 3 MPa für R_m, ± 2 MPa für $R_{p0,2}$, für A_5 ± 0,4 % und für HBW 2,5/62,5 ± 3 HBW) in der Legierung XL13 mit zunehmender Warmauslagerungsdauer von 8-48 h bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und der Referenzlegierung XL10 nach 153 °C, 24 h.

Legierung		**XL13**			**XL10**
Warmauslagerungsdauer in h bei 153°C		**8**	**24**	**48**	**24**
Hauptphase		-	S	S	-
		-	-	T_1	T_1
		-	-	Ω	Ω
Nebenphase		S	-	-	-
		T_1	T_1	-	-
		-	Ω	-	-
		β' (+δ')	β' (+δ')	β' (+δ')	β' (+δ')
		-	θ'	θ'	θ'
Korngrenzenbelegung		keine	minimal	deutlich	k. A.
Zugfestigkeit R_m in MPa	L	512	535	576	558
Dehngrenze $R_{p0,2}$ in MPa		397	456	555	523
Dehnung A_5 in %		17,0	13,6	9,4	12,6
Zugfestigkeit R_m in MPa	LT	470	492	539	511
Dehngrenze $R_{p0,2}$ in MPa		353	409	510	473
Dehnung A_5 in %		19,4	15,8	9,2	12,0
Brinellhärte (HBW 2,5/62,5)		131	150	160	164

Die Versuchslegierung XL13 weist mit zunehmender Warmauslagerungsdauer einen stetigen und gleichmäßigen Abfall der Dehnung (auch hier wird repräsentativ wieder nur die L-Richtung diskutiert) auf (vgl. Abb. 6-6). Die Referenzlegierung XL10 erfährt zwischen 8 h und 24 h einen ähnlichen Abfall in der Dehnung wie die Versuchslegierung XL13, der sich nach einer Warmauslagerungsdauer von 24 h jedoch auf einem nahezu gleichbleibenden Niveau stabilisiert. Demzufolge scheint die Bildung der T_1- und Ω-Phase, die sich bei 24 h Warmauslagerungsdauer in der Referenzlegierung XL10 als Hauptphase ausscheiden, keine Verluste in der Dehnung herbeizuführen. Das Auftreten von S-Phase als Hauptphase, wie es nach 24 h Warmauslagerungsdauer in der Versuchslegierung XL13 der Fall ist, und die Kombination der Hauptphasen S-, T_1- und Ω-Phase, wie sie nach 48 h in der

Versuchslegierung XL13 vorkommt, scheint eine stetige Reduzierung der Dehnung zu fördern.

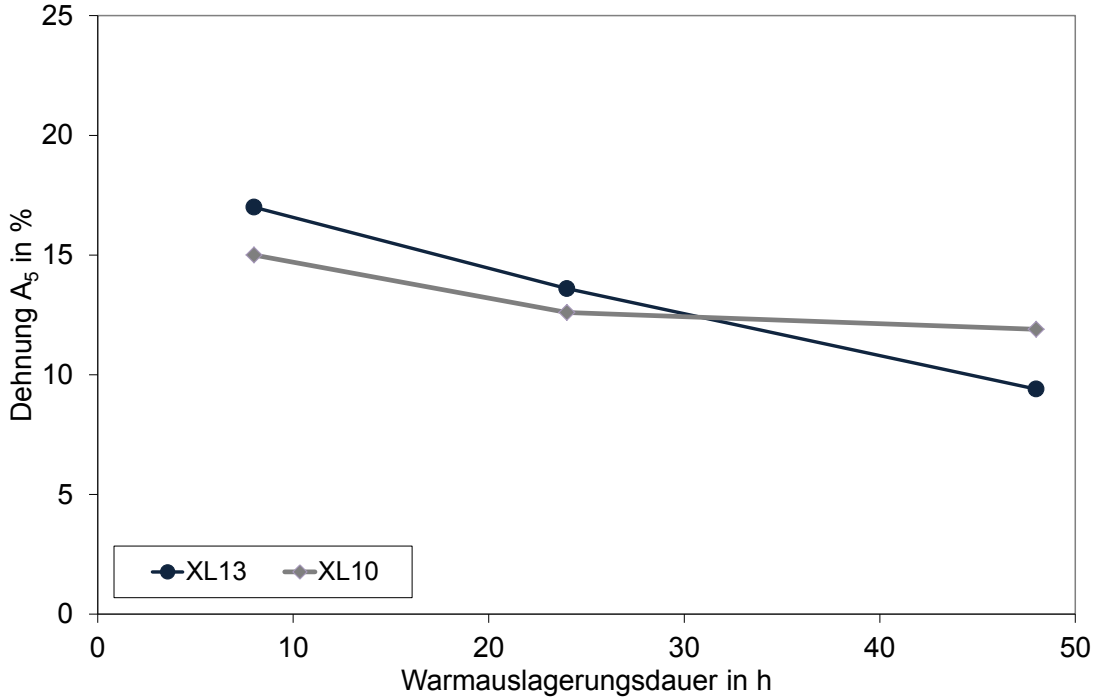


Abb. 6-6: Entwicklung der Dehnung (A_5, absolute Messunsicherheit ± 0,4 %) der Versuchslegierung XL13 in Relation zur Referenzlegierung XL10 nach 8 h, 24 h und 48 h Auslagerungsdauer bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C; L-Richtung.

Der Befund, dass mit zunehmender Warmauslagerungsdauer die Dehnung der Versuchslegierung XL13 abfällt, korreliert des Weiteren mit der Beobachtung, dass die Korngrenzenbelegung mit zunehmender Warmauslagerungsdauer zunimmt. Arbeiten von Blankenship und Starke [Bla91] berichten von ähnlichen Beobachtungen und zeigen, dass sich Korngrenzenausscheidungen nachteilig auf die Duktilität einer Legierung auswirken. Zuletzt wird dieser Befund in gleicher Art auch von Sandler et al. [San93] bestätigt. Sie beschrieben mit zunehmender Auslagerungsdauer die Vergröberung und Zunahme im Gehalt der Korngrenzenausscheidungen und des Weiteren die Bildung von relativ weichen partikelfreien Zonen an den Korngrenzen von Al-Cu-Mg-Li-Legierungen, die zu einem interkristallinen Bruchverhalten führen.

6.3 Auswirkungen der Legierungszusammensetzung auf die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften in Korrelation zur Referenzlegierung XL10

Die Auftragung der Zugversuchskennwerte über die Warmauslagerungsdauer (vgl. Abb. 5-31, Abb. 5-32 und Abb. 5-33) zeigt, dass (bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C) nach 24 h ein Zustand erreicht, ist in dem sich im Schnitt bei allen Legierungen gute mechanische Eigenschaften eingestellt haben. Eine längere Warmauslagerungsdauer würde zwar in allen Legierungen eine weitere Zunahme der Dehngrenze und der Zugfestigkeit herbeiführen, jedoch in einigen Legierungen (wie z.B. der Legierung XL01 und XL02) mit erheblichen Dehnungseinbußen einhergehen, so dass für den Vergleich der mechanischen Eigenschaften der Legierungen untereinander der oben genannte Zustand geeignet ist. Im vorangegangenen Kapitel 6.1 wurde bereits die Korrelation zwischen den im TEM analysierten Mikrostrukturen und den mechanischen Eigenschaften im Warmauslagerungszustand von 153 °C, 24 h diskutiert. Die Befunde dienen in dieser abschließenden Betrachtung als Grundlage, um die Auswirkungen der Legierungszusammensetzung auf die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften in Relation zur Referenzlegierung XL10 abzuleiten. Hierzu werden auch die Ergebnisse der thermodynamischen Berechnungen sowie die Gefügeuntersuchungen im LiMi und REM berücksichtigt. Abb. 6-7 zeigt die Auftragung der Zugfestigkeit R_m aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung im Warmauslagerungszustand 153 °C, 24 h. In Abb. 6-8 die vergleichende Darstellung für die Dehngrenze R_{p02}, und in Abb. 6-9 für die Dehnung A_5 dargestellt. Da die charakteristischen Einflüsse bereits durch den Vergleich der Zugversuchskennwerte in L-Richtung deutlich werden, wird an dieser Stelle von einer separaten Diskussion der Eigenschaften in LT-Richtung abgesehen.

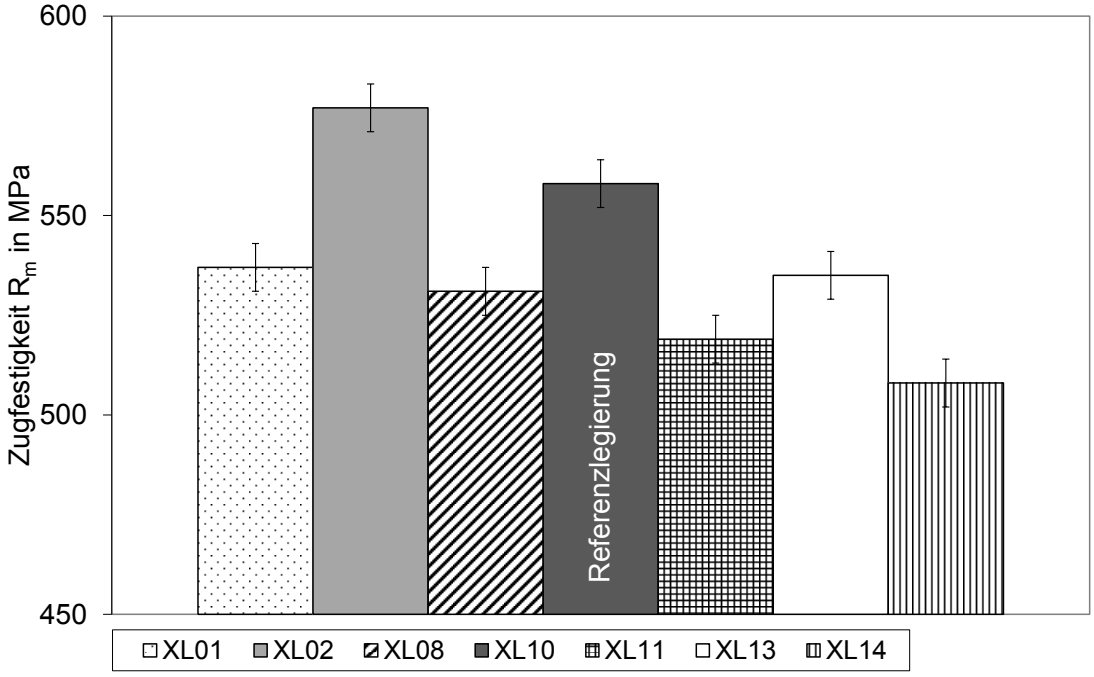


Abb. 6-7: Zugfestigkeit R_m aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 24h; L-Richtung

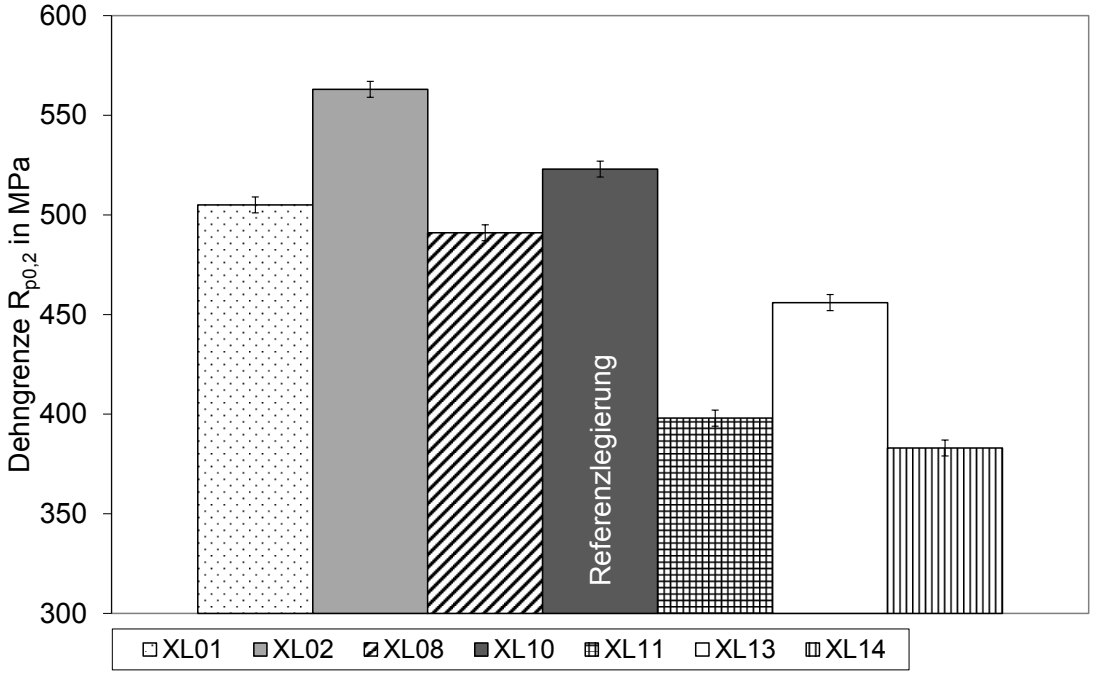


Abb. 6-8: Dehngrenze $R_{p0,2}$ aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 24h; L-Richtung

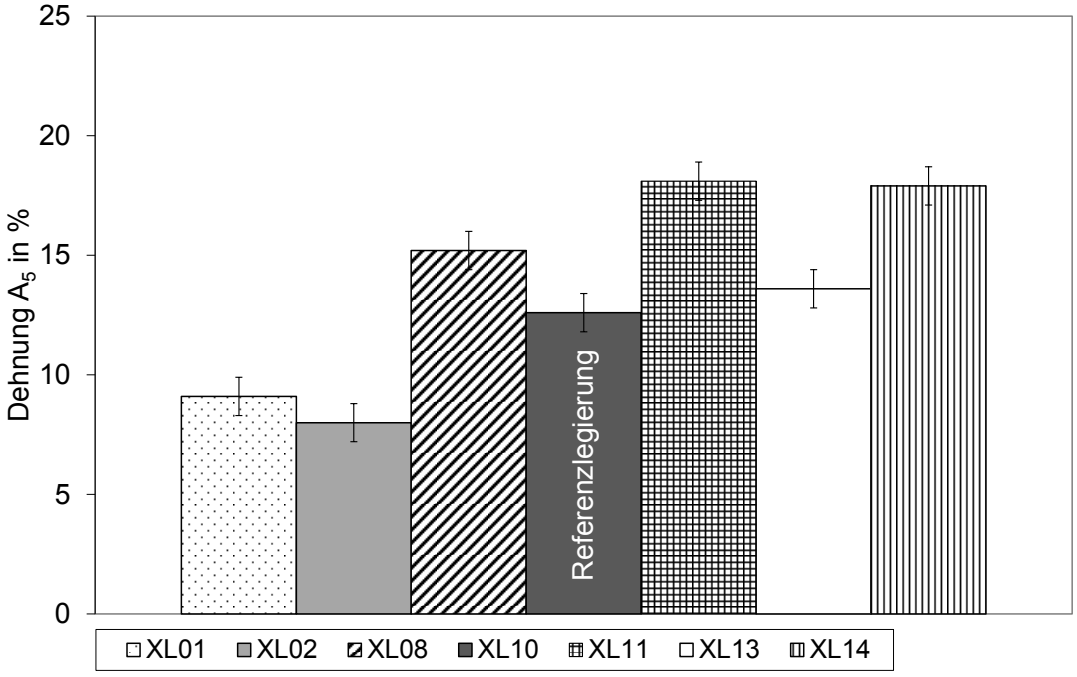


Abb. 6-9: Dehnung A_5 aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 24h; L-Richtung

Im Folgenden wird der Einfluss der Legierungselemente Cu, Li, Ag, Mg und Si analysiert und bewertet.

6.3.1 Wirkung des Legierungselements Si

Durch den Vergleich der beiden Versuchslegierungen XL01 und XL02 wird die Wirkung von Si auf die mechanischen Eigenschaften in Relation zur Referenzlegierung XL10 untersucht.

Im Vergleich der Ag-freien Versuchslegierungen XL01 und XL08 schlägt sich die Zugabe von Si (in der Legierung XL01) weder in der Zugfestigkeit noch in der Dehngrenze in Form eines signifikanten Festigkeitsanstiegs nieder (vgl. Abb. 6-7 und Abb. 6-8). Zugfestigkeit und Dehngrenze der Ag-haltigen Legierung XL02 mit Si-Zusatz liegen jedoch über den Werten der Si-freien Referenzlegierung XL10. Aus dem 6xxx-Legierungssystem ist bekannt, dass die Mg_2Si-Phase einen wesentlichen Beitrag zur Festigkeit der Legierung leistet [Hua91, uDi14]. Kann die Bildung dieser Phase auch in Al-Cu-Li-Legierungen herbeigeführt werden und zu einer zusätzlichen Festigkeitssteigerung der Legierung beitragen? Die thermodynamischen Berechnungen deuten auf

Vorerstarrungen von Si-haltigen Phasen hin. Gemäß den Berechnungen kommen bereits vor dem Erreichen der Solidustemperatur von 540 °C die Phasen SiZr und AlLiSi vor, wobei AlLiSi bei 100 °C noch mit Anteilen von 0,7 Gew.% vorliegt und sich die SiZr-Phase noch über 500 °C wieder auflöst. Die Mg_2Si-Phase bildet sich erst bei 300 °C und liegt bei 100 °C, wie auch die AlLiSi-Phase, noch mit Gehalten von 0,7 Gew.% vor. Da die thermodynamischen Berechnungen nur den thermisch stabilen Zustand abbilden können, ist metastabil die Superposition eines weiteren Härtungsmechanismus hiermit nicht auszuschließen. Auch ud Din et al. kamen schlussendlich zu dem Befund, dass weitere TEM-Untersuchungen erforderlich sind, um einen genauen Zusammenhang zwischen der Mikrostruktur (Anzahl, Dichte, Typ, Größe und Verteilung der verschiedenen Phasen) und den beschriebenen mechanischen Eigenschaften herzustellen. Neben der Frage nach der Bildung von festigkeitssteigernden Si-Ausscheidungen sollen die TEM-Untersuchungen auch zeigen, ob sich Si in der Matrix löst, wie es von ud Din et al. behauptet wird. In Korrelation zu den Befunden der thermodynamischen Berechnungen, dass sich Si-haltige Vorerstarrungen bilden, wurden auch im Licht- und Rasterelektronenmikroskop grobe Si-haltige Phasen identifiziert. Das REM-Mapping lieferte einen ersten Hinweis, dass sich kein Si in der Matrix löst. Dieser Befund wurde von den späteren Untersuchungsergebnissen im TEM bestätigt. Des Weiteren wurden auch mit Hilfe von TEM-Analysen keine ausscheidungshärtenden Phasen (wie z. B. Mg_2Si) identifiziert. In den untersuchten Al-Cu-Li-Legierungen hat die Zugabe von 0,5 Gew.% Si keine festigkeitssteigernde Wirkung.

Der Vergleich der Dehnungen der Si-haltigen Versuchslegierungen XL01 und XL02 mit den Dehnungen der Si-freien Legierung XL08 und der Referenzlegierung XL10 zeigt, dass die Zugabe von Si eine Verringerung der Dehnungswerte herbeiführt (vgl. Abb. 6-9). Dieser Befund korreliert mit der Ausscheidung der groben Si-haltigen Phasen, die bereits die thermodynamischen Berechnungen vorhergesagt haben und die im Licht- und Rasterelektronenmikroskop nachgewiesen worden sind. Arbeiten von Srivatsan et al. [Sri86] berichten davon, dass Si in Al-Cu-Li-Legierungen, die kornfeinende Elemente wie Mn enthalten, hohe Volumenanteile von groben

intermetallischen Partikeln und Dispersoiden bildet, was die vorliegenden Befunde bekräftigt. Um die Volumenanteile dieser Phasen so klein wie möglich zu halten, sollten die Fe- und Si-Gehalte Maximalgehalte von 0,2 und 0,1 Gew.% für Fe und Si haben [Lew87]. Des Weiteren zeigten die TEM-Analysen in beiden Si-haltigen Legierungen Ausscheidungen auf den Korngrenzen. Ein Befund, der ebenfalls mit der verringerten Bruchzähigkeit bzw. Dehnung der Legierungen in Zusammenhang steht.

6.3.2 Wirkung des Legierungselements Cu

Durch die Gegenüberstellung der Versuchsergebnisse der beiden Versuchslegierungen XL11 (3,5 Gew.% Cu) und XL13 (4,4 Gew.% Cu) soll die Wirkung des Legierungselements Cu auf die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften abgeleitet werden. Betrachtet man diese Ergebnisse in Relation zur Referenzlegierung XL10 muss der Einfluss des erhöhten Mg-Gehalts (mit 1,1 Gew.% Mg) in den Versuchslegierungen gegenüber der Referenzlegierung XL10 (mit 0,3 Gew.% Mg) berücksichtigt werden.

Die Erhöhung des Cu-Gehalts spiegelt sich sowohl in der Zugfestigkeit als auch in der Dehngrenze durch eine festigkeitssteigernde Wirkung in den mechanischen Eigenschaften der Legierungen wider (vgl. Abb. 6-7, Abb. 6-8). In Korrelation zu der Festigkeitszunahme stehen die Untersuchungsergebnisse der TEM-Analysen. Die Befunde zeigen mit der Erhöhung des Cu-Gehalts eine zunehmende Anzahl an T_1-Phase und eine deutliche Steigerung der Festigkeit. Cu wirkt in Al-Li-X-Legierungen mischkristall- und ausscheidungsverfestigend [Rio12], was auf die Bildung von festigkeitssteigernden Phasen wie die T_1-Phase zurückzuführen ist [Giu07]. Dorin et al. [Dor12] berichten von einem proportionalen Zusammenhang der Festigkeitszunahme als Funktion des Volumenanteils der T_1-Phase. Kann eine weitere Festigkeitszunahme also mit einer weiteren Erhöhung des Cu-Gehalts bewirkt werden? Aus der Literatur ist bekannt, dass die Löslichkeitsgrenze in Abhängigkeit des Verhältnisses von Li zu Cu steht: Mit steigendem Cu-Gehalt sinkt die Löslichkeit von Li (vgl. Abb. 2-8), [Har55, Pol06, War06]. Die Erhöhung des Cu-Gehalts ist durch den Li-Gehalt bzw. seine Löslichkeit limitiert. Dieser Befund korreliert mit thermodynamischen Berechnungen der Referenzlegierung XL10. Sie zeigen,

dass bei 1,1 Gew.% Mg und einer Li-Zugabe von 1,0 Gew.% nur bis zu 3,5 Gew.% Cu gelöst werden können. Wird die Löslichkeitsgrenze bzw. Soliduslinie überschritten, bilden sich unlösliche Cu-haltige Phasen (z.B. Al_7Cu_2Fe, $Al_{43}Cu_{10}Zr_{11}$). In der Versuchslegierung wurde die theoretisch berechnete Löslichkeitsgrenze von 3,5 Gew.% Cu bei einem Gehalt von 1,0 Gew.% Li in der Legierung jedoch bewusst überschritten. Die durchgeführten Untersuchungen zeigen bei einem Gehalt von 4,4 Gew.% Cu und einem Li/Cu-Verhältnis von 0,23 im Zugversuch eine weitere Festigkeitszunahme. Befunde aus früheren Arbeiten bezeichnen das Li/Cu-Verhältnis als signifikant treibende Kraft für die Bildung der T_1-Phase [Gab01, Kar12] und bestätigen, dass bei einem Li/Cu-Verhältnis von 0,17-0,27 [Pic89] und 0,18-0,26 [Kar12] die T_1-Phase Hauptausscheidungsphase ist. Durch die Erhöhung des Cu-Gehalts von 3,5 Gew.% auf 4,4 Gew.% bei einem Li-Gehalt von 1,0 Gew.% konnte in Korrelation mit der Ausscheidung der T_1-Phase eine Festigkeitszunahme herbeigeführt werden. Jedoch bleibt zu berücksichtigen, dass ein beliebig hoher Cu-Gehalt nicht mit einer beliebig hohen Festigkeit einhergeht. Des Weiteren hat sich gezeigt, dass ein erhöhter Cu-Gehalt in einer leichten Verringerung der Dehnung resultiert (vgl. Abb. 6-9). Die Versuchslegierung XL13 zeigt trotz des erhöhten Cu-Gehalts von 4,4 Gew.% eine geringere Dehngrenze und Zugfestigkeit als die Referenzlegierung XL10. Dieser Befund ist auf den erhöhten Mg-Gehalts von 1,1 Gew.% in der Versuchslegierung XL13 gegenüber der Referenzlegierung XL10 (mit 0,3 Gew.% Mg) zurückzuführen. Die Auswirkungen von Mg auf die mechanischen Eigenschaften werden im nachfolgenden Kapitel diskutiert.

6.3.3 Wirkung des Legierungselements Mg

Durch den Vergleich der beiden Versuchslegierungen XL08 und XL14 sollte die Wirkung von Mg auf die mechanischen Eigenschaften in Relation zur Referenzlegierung XL10 untersucht werden.

Im Vergleich der mechanischen Eigenschaften der Versuchslegierung XL08 mit der Versuchslegierung XL14 spiegelt sich die Erhöhung des Mg-Gehalts von 0,5 Gew.% auf 1,1 Gew.% in Form einer Reduzierung der Dehngrenze und Zugfestigkeit wider (vgl. Abb. 6-7 und Abb. 6-8). Die TEM-Analysen der

Mikrostruktur zeigen, dass mit der Erhöhung des Mg-Gehalts auf 1,1 Gew.% die T_1- und Ω-Phase (wie sie in der Versuchslegierung XL08 vorliegen) verschwinden und es zu einer vermehrten Bildung der S-Phase (als Hauptphase in der Versuchslegierung XL14) kommt. Ein Ergebnis, das sich bereits in den thermodynamischen Berechnungen gezeigt hat (vgl. Abb. 5-2). Dieser Befund korreliert mit Ergebnissen aus der Literatur [Dec13b], [Gab01], [Giu08], [Kha14] und [Wan98] und den Erkenntnissen aus den vorliegenden Untersuchungen, die bestätigen, dass die T_1-Phase zu den Ausscheidungen zählt, die den Hauptbeitrag zur Festigkeitssteigerung liefert. Die vorliegenden Ergebnisse zeigen, dass die S-Phase als Hauptphase nicht ausreicht, um das Festigkeitsniveau, das in der Versuchslegierung XL08 und in der Referenzlegierung XL10 durch die Ausscheidung der T_1- und Ω-Phase gegeben ist, aufrecht zu erhalten oder gar zu erhöhen. Zhong et al. [Zho14] behaupten, dass Mg aufgrund seiner festigkeitssteigernden Eigenschaften zu einer Al-Cu-Li-Legierung hinzugegeben wird. Eine große Anzahl vorangegangener Studien [Che13, Hir97, Hua98, Ito95, Zho14] hat gezeigt, dass die Zugabe von Mg in einer Al-Cu-Li-Legierung die Aushärtung beschleunigt. Diese Aussage steht zunächst in Widerspruch zu dem Befund aus den Untersuchungen der Versuchslegierung XL13 über die zunehmende Warmauslagerungsdauer. Sie haben gezeigt, dass ein Mg-Gehalt von 1,1 Gew.% zu einem zeitlich verzögerten Ausscheidungsverhalten der T_1-Phase führt, was sich in einem flacheren Festigkeitsanstieg über die Warmauslagerungsdauer widerspiegelt.

Durch den Vergleich der Versuchslegierungen XL11 und XL13 mit einem Mg-Gehalt von 1,1 Gew.% zu der Referenzlegierung XL10 (mit 0,5 Gew.% Mg) wird jedoch deutlich, dass die Zugabe von 0,5 Gew.% Mg zu einer höhen Festigkeit führt. In der vorliegenden Arbeit wurde kein Vergleich einer Mg-freien Legierung zu einer 0,5 Gew.%-Mg-haltigen Legierung untersucht, jedoch wurde gezeigt, dass die Erhöhung des Mg-Gehalts auf 1,1 Gew.% eine vermehrte Bildung der S-Phase und eine Reduzierung der Festigkeit herbeiführt. Glaubt man hierzu den Erkenntnissen der Literatur [Che13, Hir97, Hua98, Ito95, Zho14], kann aufgrund der vorliegenden Befunde folgende Schlussfolgerung abgeleitet werden: Die festigkeitssteigernde Wirkung von Mg [Gum14, Zho14] ist relativ zu sehen. Die Zugabe von 0,5 Gew.% Mg führt eine Festigkeitssteigerung herbei,

da sie die Keimbildung der T_1-Phase fördert [Leq10]. Die weitere Erhöhung des Mg-Gehalts auf 1,1 Gew.% bewirkt allerdings eine Reduzierung der Festigkeit. Wenngleich sich die Erhöhung des Mg-Gehalts eher positiv auf die Dehnung auswirkt, wurden im Gefüge der Versuchslegierungen mit 1,1 Gew.% Mg Primärerstarrungen beobachtet, die bekannt für negative Auswirkungen auf die Dehnung einer Legierung sind (vgl. Abb. 6-9).

6.3.4 Wirkung des Legierungselements Ag

Die Wirkung des Legierungselements Ag auf die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften wurde durch die Gegenüberstellung von zwei Legierungspaaren untersucht: die Si-haltigen Legierungen XL01 (Ag-frei) und XL02 (Ag-haltig) sowie die Versuchslegierungen XL11 (mit 0,4 Gew.% Ag) und XL14 (mit 0 Gew.% Ag). Die Versuchslegierungen XL11 und XL14 zeichnen sich des Weiteren durch einen erhöhten Mg-Gehalt aus.

Der Vergleich der Versuchslegierungen XL10 und XL02 zeigt, dass die Zugabe von Ag zu einer Zunahme der Zugfestigkeit und der Dehngrenze führt (vgl. Abb. 6-7 und Abb. 6-8). Dieser Befund korreliert mit den Ausscheidungen, die durch TEM-Analysen in der Mikrostruktur identifiziert wurden. Mit der Zugabe von Ag bildet sich die θ‘-Phase in der Mikrostruktur der Versuchslegierung XL02. Rosalie et al. [Ros12a, Ros12b] berichten in ihren Untersuchungen an Li-freien Al-Cu-Legierungen, dass die θ‘-Phase an Versetzungsringen keimt, an denen sich bereits zuvor Ag-haltige Ausscheidungen gruppiert haben. Des Weiteren liegen in beiden Versuchslegierungen die T_1- und Ω-Phase als Hauptphase vor. Die Si-haltige Versuchslegierung XL02 weist sogar eine höhere Zugfestigkeit und Dehngrenze als die Referenzlegierung XL10 auf. Im Vergleich der Dehnung zeigt sich mit der Zugabe von Ag eine leichte Verschlechterung der Dehnung (vgl. Abb. 6-9).

Aus dem Vergleich der mechanischen Eigenschaften der Versuchslegierungen XL11 und XL14 lässt sich jedoch nicht der eindeutige Befund ableiten, dass Ag die Festigkeit erhöht. In der Ag-haltigen Versuchslegierung XL11 ist aufgrund des erhöhten Mg-Gehalts von 1,1 Gew.% die S-Phase als Hauptphase dominant, die bekanntermaßen nicht den festigkeitssteigernden Beitrag der T_1-Phase kompensieren kann (vgl. Kapitel 6.3.3). T_1- und Ω-Phase sind

Nebenphasen. In der Ag-freien Versuchslegierung XL14 kommen T_1- und Ω-Phase gar nicht mehr vor. Beide Legierungen weisen eine niedrigeren Zugfestigkeit und Dehngrenze als die Referenzlegierung XL10 auf. Die festigkeitssteigernde Wirkung von Ag scheint durch die Wirkung des hohen Mg-Gehalts überdeckt zu sein. Dieser Befund steht in Widerspruch zu den Arbeiten von Huang et al. [Hua98], die berichten, dass die kombinierte Zugabe von Ag und Mg die Ausscheidungsbildung der T_1-Phase fördert und daraus erhebliche Festigkeitszunahmen resultieren [Leq10, Rin95, Zho14].

Khan und Robinson [Khan08] haben die Auswirkung von Ag auf die Ausscheidung der T_1-Phase in Zusammenhang mit dem Li/Cu-Verhältnis untersucht. Wie im oberen Teil der Arbeit diskutiert, behaupten Khan und Robinson, dass bei Legierungen mit einem kleinen Li/Cu von 0,24-0,28 Verhältnis der direkte Effekt von Ag auf die Ausscheidungen der T_1-Phase aufgrund der Übersättigung der Matrix mit Cu verdeckt ist, was eine größere treibende Kraft für die Keimbildung er GP Zonen/ θ‘ bereitstellt. Dieser Befund kann mit den vorliegenden Untersuchungsergebnissen nicht eindeutig widerlegt werden. In beiden Versuchslegierungen, XL11 und XL14, liegt die θ‘-Phase als Nebenphase vor, so dass auch hier keine Korrelation zu den Unterschieden in der Festigkeit abgeleitet werden kann.

Die Anwesenheit von Mg hingegen behindert die Ausscheidung von GP Zonen/ θ‘-Phasen in diesem Legierungstyp [Khan08].

7 Zusammenfassung und Ausblick

Al-Li-Legierungen sind aufgrund der Kombination aus einer niedrigeren Dichte und den vorteilhaften mechanischen Eigenschaften von großem Interesse für Anwendungen in der Luftfahrt. Die Forschung und Entwicklung ist dennoch stets bestrebt, das Verbesserungspotential der mechanischen Eigenschaften voll auszuschöpfen und neue bzw. verbesserte Al-Legierungen zu entwickeln.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden sechs Versuchslegierungen und die kommerzielle Al-Li-Legierung AA2050 als Referenzlegierung untersucht. Im Vordergrund der Untersuchungen stand das Leistungspotential diese Legierungstyps durch optimierte Eigenschaftskombinationen zu steigern. Hieraus ergab sich das übergeordnete Ziel noch bestehende Kenntnislücken zur Wirkungsweise der Legierungselemente Cu, Mg und Si auf das Ausscheidungsverhalten und die daraus resultierenden Werkstoffeigenschaften von Al-Li-Legierungen zu schließen. Hierzu wurden insbesondere die Entwicklung der Mikrostruktur in Abhängigkeit von den Warmauslagerungsparametern und die daraus resultierenden mechanischen Eigenschaften analysiert. Des Weiteren sollte eine mögliche Perspektive aufgedeckt werden, die festigkeitssteigernde Wirkung des kostenintensiven Legierungselements Ag kompensieren zu können.

Für die systematische Analyse zur Wirkung der genannten Legierungselemente wurde eine Matrix aus den Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 generiert, bei denen jeweils nur der Gehalt eines Legierungselements verändert wurde, während der Gehalt der anderen Legierungselemente konstant gehalten wurde:

- Zugabe von Si (0,5 Gew.%) in eine Si-freie Legierung
- Zugabe von Ag (0,5 Gew.%) in eine Ag-freie Legierung
- Erhöhung des Mg-Gehalts von 0,5 Gew.% auf 1,1 Gew.%
- Erhöhung des Cu-Gehalts von 3,5 Gew.% auf 4,4 Gew.%

Somit war es möglich, die Ergebnisse der mikrostrukturellen Untersuchungen mit den daraus resultierenden mechanischen Eigenschaften zu korrelieren und

den Einfluss der jeweiligen Legierungsvariation isoliert zu betrachten. Im Folgenden werden die wesentlichen Erkenntnisse dieses Themenkomplexes kurz stichpunktartig zusammengefasst:

- Durch die Zugabe von 0,5 Gew.% Si in eine Al-Cu-Li-Legierung haben sich in der Mikrostruktur keine ausscheidungshärtenden Phasen (wie z. B. Mg_2Si) gebildet. Dieser Befund korreliert mit dem Ausbleiben einer Festigkeitssteigerung. In der Matrix haben sich grobe Si-haltige Phasen gebildet. Des Weiteren sind die Korngrenzen stark mit Ausscheidungen belegt, was offensichtlich die Ursache für die dehnungsreduzierende Wirkung des Si-Zusatzes in den untersuchten Legierungen ist.
- Die Zugabe von 0,5 Gew.% Ag führt bei einem Mg-Gehalt von 0,3-0,5 Gew.% zu einer Zunahme der Dehngrenze und der Zugfestigkeit. In der Mikrostruktur wurden die θ‘-, die T_1- und die Ω-Phase identifiziert, wobei die T_1- und die Ω-Phase als Hauptphasen in den Ag-haltigen Legierungen vorkommen. Hierauf wird der wesentliche Beitrag zur Festigkeitssteigerung zurückgeführt.
- Bei einem erhöhten Mg-Gehalt von 1,1 Gew.% konnte jedoch keine festigkeitssteigernde Wirkung von Ag nachgewiesen werden. Die Mikrostruktur wird von Ausscheidungen der S-Phase dominiert. T_1- und die Ω-Phase liegen in deutlich geringerer Anzahl vor. Demzufolge ist davon auszugehen, dass der festigkeitssteigernde Beitrag der T_1- und der Ω-Phase nicht durch das dominante Ausscheiden der S-Phase kompensiert werden kann. Im Umkehrschluss bedeutet dies, dass die festigkeitssteigernde Wirkung von Ag, die auf das dominante Ausscheiden der T_1- und der Ω-Phase zurückzuführen ist, durch den Einfluss des hohen Mg-Gehalts unterdrückt wird. Dieser führt zu einem dominanten Ausscheiden der S-Phase, die die Ausscheidungsdynamik der T_1- und der Ω-Phase verzögert.
- Unabhängig vom Mg-Gehalt hat die Zugabe von Ag keine signifikanten Auswirkungen auf die Dehnung.

- Die Erhöhung des Cu-Gehalts von 3,5 Gew.% auf 4,4 Gew.% zeigte trotz des Überschreitens der thermodynamisch errechneten Löslichkeitsgrenze von 3,5 Gew.% bei einem Li-Gehalt von 1,0 Gew.% und 1,1 Gew.% Mg eine festigkeitssteigernde Wirkung. Der Festigkeitsanstieg geht mit einem zunehmenden Gehalt der festigkeitssteigernden T_1- und Ω-Phase einher. Des Weiteren hat sich gezeigt, dass ein erhöhter Cu-Gehalt nur in einer leichten Verringerung der Dehnung resultiert. Da die Versuchslegierung XL13 (mit 1,1 Gew.% Mg) trotz des erhöhten Cu-Gehalts von 4,4 Gew.% eine geringere Dehngrenze und Zugfestigkeit als die Referenzlegierung XL10 (mit 0,3 Gew.% Mg) zeigt, dürfte dieser Befund auf den erhöhten Mg-Gehalt zurückzuführen sein.

Ein zukünftiger Forschungsschwerpunkt könnte die Untersuchung eines hohen Cu-Gehalts (von ~4,4 Gew.%) bei gleichzeitiger Reduzierung des Mg-Gehalts unter 1,1 Gew.% sein. Ziel ist es, die Ausscheidungsdynamik der festigkeitssteigernden T_1-Phase zu fördern, die bei einem zu hohen Mg-Gehalt durch das dominante Ausscheiden der S-Phase verzögert wird. In diesem Ansatz wird daher eine vielversprechende Perspektive gesehen, die festigkeitssteigernde Wirkung des kostenintensiven Legierungselements Ag durch das preislich vorteilhaftere Legierungselement Cu kompensieren zu können.

8 Literaturverzeichnis

[AA15] International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys, The Aluminum Association, 2015

[Al-K99] M.A. Al-Khafaji, W.M. Rainforth, L.M. Rylands, H. Jones; In: Proceedings of the Electron Microscopy and Analysis Group Conf. (EMAG99) (Hrsg. C.J. Kiely), The Institute of Physics, Sheffield, (1999), 279-282.

[Ant14] V.V. Antipov, N.I. Kolobnev, L.B. Khokhlatova: Metal Sci. Heat Treat+ 55 (2014), 459-465.

[Ara14] V. Araullo-Peters, B. Gault, F. de Geuser, A. Deschamps, J.M. Cairney: Acta Mater. 66 (2014),199-208.

[Ash86] R.F. Ashton, D.S. Thompson, E.A. Starke, F.S. Lin; In: Proceedings of the 3rd International Conference on Al-Li alloys, (Hrsg. C. Baker, P.J. Gregson, D.J. Harris, C.J. Peel), The Institute of Metals, London, (1986), 66-77.

[Aul86] J.H. Auld: Mater. Sci. Tech. 2 (1986), 784-787.

[Bal09] C.W. Bale, E. Bélisle, P.Chartrand, S.A. Decterov, G. Eriksson, K. Hack, I.-H. Jung, Y.-B. Kang, J. Melancon, A.D. Pelton, C. Robelin, S. Petersen: CALPHAD: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry 33 (2009), 295-311.

[Bla91] C.P. Blankenship Jr., E.A. Starke Jr.; In: Proceedings of the sixth International Aluminium-Lithium Conference (Hrsg. M. Peters, P.-J. Winkler), DGM Informationsgesellschaft, Garmisch-Partenkirchen (1991), 187-200.

[Bou98] N. Boukos, E. Flouda, C. Papastaikoudis: J. Mater. Sci. 33 (1998), 4015-4020.

[Bra33] A.J. Bradley, P. Jones: J. Inst. Met. 51 (1933), 131-161.

[Bro12a] N. Brodusch, M.L. Trudeau, P. Michaud, M. Brochu, L. Rodrigue, J. Boselli, R. Gauvin; In: Proceedings of the 13th International Conference on Aluminum Alloys (ICAA13) (Hrsg. H. Weiland, A.D. Rollett, W.A. Cassada), TMS (2012), 23-28.

[Bro12b] N. Brodusch, M.L. Trudeau, P. Michaud, M. Brochu, L. Rodrigue, J. Boselli, R. Gauvin: Microsc. Microanal. 18 (2012), 1393-1409.

[Cas14] W. A. Cassada, G.J. Shiflet: Mater. Sci. Forum 794-796 (2014), 1020-1025.

[Cas91a] W.A. Cassada, G.J. Shiflet, E.A. Starke Jr.: Metall. Trans. 22A (1991), 287-297.

[Cas91b] W.A. Cassada, G.J. Shiflet, E.A. Starke Jr.: Metall. Trans. 22A (1991), 299-306.

[Cha94] C.R. Charkravorty: Bull. Mater. Sci. 17 (1994), 1351-1367.

[Che98] P.S. Chen, A.K. Kuruvilla, T.W. Malone, W.P. Stanton: J. Mater. Eng. Perform. 7 (5), (1998), 682-690.

[Che00] R. Chen, Z. Huang, C.Q. Chen, J.Y. Shen, Y.G. Zhang: Mater. Sci. Eng. A280 (2000), 146-150.

[Che13] Y. Chen, S. Lee, H. Bor, J. Lin: Metall. Mater. Trans. 44A (2013), 2831-2838.

[Chem15] http://www.chemie.de/lexikon/Elementh%C3%A4ufigkeit.html; Zugriff: 05.05.2015; 08:35

[Cho06] A. Cho, B. Bes: Mater. Sci Forum 519-521 (2006), 603-608.

[Con02] B. J. Connolly: The transition from localized corrosion to scc of Aluminum-Lithium-Copper alloy AA2096 as a function of isothermal aging heat treatment at 160 degrees, Dissertation University of Virginia, 2002.

[Cso05] A.A. Csontos, E.A. Starke: Int. J. Plasticity 21 (2005), 1097-1118.

[Dav04] L. Davin, A. Cerezo, N. Gao, M. Starink: Surf. Interface Anal. 36 (2004), 589-593.

[De11] P.S. De, R.S. Mishra, J.A. Baumann: Acta Mater. 59 (2011), 5946-5960.

[Dec08] B. Decreus, F. Bley, A. Deschamps, P. Donnadieu; In: Proceedings of the 11th International Conference on Aluminium Alloys (Hrsg. J. Hirsch, B. Skrotzki, G. Gottstein), WILEY-VCH Verlag, Weinheim (2008), 1040-1046.

[Dec13b] B. Decreus, A. Deschamps, F. de Geuser, P. Donnadieu, C. Sigli, M. Weyland: Acta Mater. 61 (2013), 2207-2218.

[Des12] A. Deschamps, F. De Geuser, B. Decreus, B. Malard; In: Proceedings of the 13th International Conference on Aluminum Alloy (ICAA13) (Hrsg. H. Weiland, A.D. Rollett, W.A. Cassada), TMS (2012), 1145-1154.

[Dor12] T. Dorin, A. Deschamps, F. de Geuser, M. Weyland; In: Proceedings of the 13th International Conference on Aluminum Alloy (ICAA13) (Hrsg. H. Weiland, A.D. Rollett, W.A. Cassada), TMS (2012), 1155-1160.

[Dor14a] T. Dorin, F. de Geuser, W. Lefebvre, C. Sigli, A. Deschamps: Mater. Sci. Eng. A A605 (2014), 119-126.

[Dor14b] T. Dorin, A. Deschamps, F. de Geuser, C. Sigli: Acta Mater. 76 (2014), 134-146.

[Dor14c] T. Dorin, A. Deschamps, F. de Geuser, W. Lefebvre, C. Sigli: Philos. Mag. 94 (2014), 1012-1030.

[Ekv87] J.C. Ekvall, D.J. Chellman: J. Aircraft 24 (4), (1987), 255-261.

[Ekv88] J. C. Ekvall, D. J. Chellman: J. Aircraft 25 (11), (1988), 1001-1008.

[Flo87] H.M. Flower, P.J. Gregson: Mater. Sci. Tech.-Lond. 3 (1987), 81-90.

[Fra04] J. Fragomeni, R. Wheeler, K.V. Jata: J. Mater. Eng. Perform. 14 (1), (2005), 18-27.

[Fri01] I.N. Fridlyander: Metal Sci. Heat Treat 43 (2001), 6-10.

[FS] http://gtt.mch.rwth-aachen.de/gtt-web/factsage, Zugriff: 20.10.2015; 14:25

[Gab00] B.M. Gable, A.A. Csontos, E.A. Starke Jr.: Mat. Sci Forum 331-337 (2000), 1341-1346.

[Gab01] B.M. Gable, A.W. Zhu, A.A. Csontos, E.A. Starke Jr.: Journal of Light Metals 1 (2001), 1-14.

[Gal87] J. M. Galraith, M.H. Tosten, P.R. Howell: J. Mater. Sci. 22 (1987), 27-36.

[Gao02] N. Gao, L. Davin, S. Wang, A. Cerezo, M. J. Starink: Mater. Sci. Forum 396-402 (2002), 923-928.

[Gao05] N. Gao, M.J. Starink, L. Davin, A. Cerezo, S.C. Wang, P.J. Gregson: Mater. Sci. Tech.-Lond. 21 (2005), 1010-1018.

[Gar91] A. Garg, J. M. Howe: Acta Metall. Mater. 39 (8), (1991), 1936-1946.

[Gau11] B. Gault, F. de Geuser, L. Bourgeois, B.M. Gable, S.P. Ringer, B.C. Muddle: Ultramicroscopy 111 (2011), 683-689.

[Gay84] F.W. Gayle, J.B. Vander Sande: Scripta Metall. Mater. 18 (1984), 473-478.

[Ger59] V. Gerold, H. Haberkorn: Z. Metallkd. Bd. 50, Heft 10 (1959), 568-574.

[Gil97] D.L. Gilmore, E.A. Starke, Jr.: Metall. Trans. A 28A (1997), 1399-1415.

[Giu07] C. Giummarra, B. Thomas, R.J. Rioja; In: Proceedings of the Light Metals Technology Conference 2007, download: https://www.alcoa.com/global/en/innovation/papers_patents/details/2007_paper_lithium_aero.asp, Zugriff: 08.07.2015; 11:23

[Giu08] C. Giummarra, R.J. Rioja, G.H. Bray, P.E. Magnusen, J.P. Moran; In: Proceedings of the 11th International Conference on Aluminum Alloys (ICAA11) (Hrsg. J. Hirsch, B. Skrotzki, G. Gottstein), WILEY-VCH (2008), 176-188.

[Got07] G. Gottstein: Physikalische Grundlagen der Materialkunde, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 2007.

[Gu85] B.P. Gu, G.L. Liedl, T.H. Sanders, Jr., K. Welpmann: Mater. Sci. Eng. 76 (1985), 147-157.

[Gui39] A. Guinier: Ann. Phys.-Paris 12 (1939), 161-237.

[Gum14] E. Gumbmann, F. de Geuser, W. Lefebvre, C. Sigli, A. Dechamps: Mater. Sci. Forum 794-796 (2014), 945-950.

[Gre84] P.J. Gregson, H.M. Flower: J. Mater. Sci. Letters 2 (1984), 829-834.

[Gre85] P.J. Gregson, H.M. Flower: Acta Metall. 33 (1985), 527-537.

[Har55] H.K. Hardy, J.M. Silcock: Journal of the Institute of Metals 84 (1955), 423-428.

[Her93] R.A. Herring, F.W. Gayle, J.R. Pickens: J. Mater. Sci. 28 (1993), 69-73.

[Hir97] S. Hirosawa, T. Sato, A. Kamio: Mater. Sci. Eng. A242 (1998), 195-201.

[Hon04] T. Honma, S. Yanagity, K. Hono, Y. Nagai, M. Hasegawa: Acta Mater. 52 (2004), 1997-2003.

[Hor93] E. Hornbogen, B. Skrotzki: Werkstoffmikroskopie, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 1993.

[How88] J.M. Howe, J.Lee, A.K. Vasudévan: Metall. Trans. A 19A (1988), 2911-2920.

[Hua87] J.C. Huang, A.J. Ardell: Mater. Sci. Tech.-Lond. 3 (1987), 176-188.

[Hua91] Z.W. Huang, R.E. Smallman, M.H. Loretto, J. White: Mater. Sci. Tech.-Lond. 7 (1991), 205-211.

[Hua98] B.-P. Huang, Z.-Q. Zheng: Acta Mater. 46 (1998), 4381-4393.

[Ist10] V.V. Istomin-Kastroskii, V.F. Shamrai, O.E. Grushko, Yu. Yu. Klochkova, M.A. Ryazantseva: Russian Metallurgy (Metally) 9 (2010), 819-823.

[Ito95] G. Itoh, Q. Cui, M. Kanno: Mater. Sci. Eng. A211 (1996), 128-137.

[Jia07] Z. Jia, G. Hu, B. Forbord, J. Ketil Solberg: Mater. Sci. Eng. A444 (2007) 284-290.

[Jin90] Y. Jin, C. Li, M. Yan: J. Mater. Sci. Letters 9 (1990), 421-424.

[Kai00] K.U. Kainer: Magnesium – Eigenschaften, Anwendungen, Potentiale, WILEY-VCH Verlag, Weinheim, 2000, 2.

[Kam09] C. Kammer (Hrsg.): Aluminium Taschenbuch - Grundlagen und Werkstoffe, Aluminium-Verlag, Düsseldorf, 2009.

[Kar12] L.M. Karabin, G.H. Bray, R.J. Rioja, G. Venema; In: Proceedings of the 13th International Conference on Aluminum Alloy (ICAA13) (Hrsg. H. Weiland, A.D. Rollett, W.A. Cassada), TMS (2012), 529-534.

[Ker84] S. Kerry, V.D. Scott: Met. Sci. 18 (1984), 289-294.

[Kha14] P. Khanikar, Y. Liu, M.A. Zikry: Mater. Sci. Eng. A 604A (2014), 67-77.

[Khan08] A.K. Khan, J.S. Robinson: Mater. Sci. Tech. 24 (2008), 1369-1377.

[Kil01] R. Kilaas, V. Radmilovic: Ultramicroscopy 88 (2001), 63-72.

[Kno88] K.M. Knowles, W.M. Stobbs: Acta Cryst. 44 (1988) 207-227.

[Kul89] G.J. Kulkarni, D. Banerjee, T.R. Ramachandran: Bull. Mater. Sci. 12 (1989), 325-340.

[Lai66] C. Laird, H.I. Aaronson: Acta Metall. Mater. 14 (1966), 171-185.

[Lee07] S.-W. Lee, J.-W. Yeh: Mater. Sci. Eng. A460-461 (2007), 409-419.

[Leq10] Ph. Lequeu, K.P. Smith, A. Danielou: J. Mater. Eng. Perform. 19 (6), (2010), 841-947.

[Lew87] R.E. Lewis, E.A. Starke, Jr., W.C. Voons, G.J. Shiflet, E. Willner, J.G. Bjeletich, C.H. Mills, R.M. Harrington, D.N. Petrakis: J. Phys.-Paris 48 (C3) (1987), 643-652.

[Luo15] A.A. Luo: CALPHAD: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry 50 (2015), 6-22.

[Mak84] P. Louise Makin, B. Ralph: J. Mater. Sci. 19 (1984), 3835-3843.

[Mat85a] E. Matsubara, J. B. Cohen: Acta Metall. Mater. 33 (11) (1985), 1945-1955.

[Mat85b] E. Matsubara, J. B. Cohen: Acta Metall. Mater. 33 (11) (1985), 1957-1969.

[Mee89] A. Meetsma, J.L. de Boer, S. van Smaalen: J. Solid Sate Chem. 83 (1989), 370-372.

[Mon76] L.F. Mondolfo (Hrsg.): Aluminum Alloys – Structure & Properties, Butter Worths, London Boston, 1976.

[Mud89] B.C. Muddle, I.J. Polmear: Acta Metall. Mater. 37 (1989), 777-789.

[Mül03] K. Müller (Hrsg.): Grundlagen des Strangpressens, Expert Verlag, Renningen, 2003.

[Mül07] S. Müller: Weiterentwicklung des Strangpressens vom AZ Magnesiumlegierungen im Hinblick auf eine Optimierung der Mikrostruktur, des Gefüges und der mechanischen Eigenschaften, Dissertation TU Berlin, 2007.

[Mur01] M. Murayama, K. Hono: Scripta Mater. 44 (2001), 701-706.

[Nie01] J.F. Nie, B.C. Muddle: Mater. Sci. Eng. A319-321 (2001), 448-451.

[Niz14] E. Nizery, J.-Y. Buffiere, H. Proudhon, A. Daniélou, S. Forest: Mater. Sci. Forum 794-796 (2014), 296-301.

[Nob70] B. Noble, I.R. McLauchlin, G. Thompson: Acta Metall. Mater. 18 (1970), 340-345.

[Nob72] B. Noble, G.E. Thompson: Met. Sci. J 6 (1972), 167-174.

[Pea67] W.B. Pearson (Hrsg.): A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys, Vol. 2, Pergamon Press, Oxford, 1976, 327.

[Per43] H. Perlitz, A. Westgren: Arkiv för Kemi, Mineralogi och Geologi 16B (13) (1943), 1-5.

[Pic89] J.R. Pickens, L.S. Kramer, T.J. Langan, F.H. Heubaum: (1989), 1397-1414.

[Pol06] I.J. Polmear: Light Alloys, 4th Edition, Butterworth-Heinmann, Oxford, 2006.

[Pol89] I.J. Polmear, R.J. Chester: Scripta Metall. Mater. 23 (1989), 523.

[Pra14] N. Eswara Prasad, A.A. Gokhale, R.J.H. Wanhill: Aluminum-Lithium Alloys, Butterworth-Heinemann, Oxford, 2014.

[Pre38] G. D. Preston: Philos. Mag. Ser. 7, 26 (1938), 855-871.

[Rad87] V. Radmilovic, G. Thomas: J. Phys.-Paris 48 (9) (1987), 385-396.

[Rad99] V. Radmilovic, R. Kilaas, U. Dahmen, G. J. Shiflet: Acta Mater. 47 (1999), 3987-3997.

[Rat98] P. Ratchev, B. Verlinden, P. de Smet, P. van Houtte: Acta Mater. 46 (1998), 3523-3533.

[Rin95] S.P. Ringer, B.C. Muddle, I.J. Polmear: Metall. Mater. Trans. 26A (1995), 1659-1671.

[Rin97] S. P. Ringer, T. Sakurai, I. J. Polmear: Acta mater. 45 (1997), 3737-3744.

[Rin00] S. P. Ringer, T. Sakurai, I. J. Polmear: Mater. Charact. 44 (2000), 101-131

[Rio12] R.J. Rioja, J. Liu: Metall. Mater. Trans. 43A (2012), 3325-3337.

[Rio86a] R. J. Rioja, E. A. Ludwiczak; In. Proceedings of the 3rd International Conference on Aluminium-Lithium Alloys (Hrsg. C. J. Peel), Institute of Metals (1986), 471-482.

[Rio86b] R.J. Rioja, P.E. Bretz, R.R. Sawtell, W.H. Hunt and E.A. Ludwiczak; In: Proceedings of the International Conference on Aluminum Alloys III - Physical and Mechanical Properties (Hrsg. E.A. Starke, Jr., T.H. Sanders, Jr.), EMAS (1986), 1781-1797.

[Rob52] K. Robinson: Philos. Mag. Ser. 7, 43 (342) (1952), 775-782.

[Rob01] J. D. Robson, P. B. Prangnell: Acta Mater. 49 (2001), 599-613.

[Ros12a] J.M. Rosalie, L. Bourgeois, B.C. Muddle; In: Proceedings of the Light Metals (Hrsg. C.E. Suarez), TMS (2012), 307-312.

[Ros12b] J.M. Rosalie, L. Bourgeois: Acta Mater. 60 (17) 2012, 6033-6041.

[Ryu69] N. Ryum: Acta Metall. Mater. 17 (1969), 269-278.

[San93] V. S. Sandler, L. N. Leshchiner, T. P. Fedorenko: Metal Sci. Heat Treat 35 (4) (1993), 229-231.

[Sat00] T. Sato: Mater. Sci. Forum 331-337 (2000), 85-96

[Schi66] M. Schippers: Sonderdruck aus der Zeitschrift Praktische Metallographie, Heft (2), Dr. Riederer-Verlag, 1966, 66-74.

[Sil53] J.M. Silcock, T.J. Heal, H.K. Hardy: J. I. Met. 82 (1953), 239-248.

[Sil60] J.M. Silcock, B.Sc.: J. I. Met. 88 (1960), 357-364.

[Sin88] A.K. Singh, M.A. Imam, K. Sadanda: J. Electron Micr. Tech. 8 (1988), 355-361.

[Sri86] T.S. Srivatsan, E.J. Coyne, Jr., E. A. Starke, Jr.: J. Mater. Sci. 21 (1986), 1553-1560.

[Sri88] T.S. Srivatsan: J. Mater. Sci. Letters 7 (1988), 940-943.

[Sta81] E.A. Starke, Jr., T.H. Sanders, Jr.: JOM-J Min. Met. Mat. S (1981), 24-33.

[Sta96] E.A. Starke Jr., J.T. Staley: Prog. Aerospace Sci. 32 (1996), 131-172.

[Sta99a] M.J. Starink, P. Wang, I. Sinclair, P.J. Gregson: Acta Mater. 47 (1999), 3841-3853.

[Sta99b] M.J. Starink, P. Wang, I. Sinclair, P.J. Gregson: Acta Mater. 47 (1999), 3855-3868.

[Stad87] P.A. Stadelmann: Ultramicroscopy (21) 1987, 131-145.

[Stad04] P.A. Stadelmann: JEMS – EMS Java Version V4. CIME-EPFL, Lausanne, Switzerland (2004)

[Tal99] TALAT – Training in Aluminium Application Technologies, Version 2.0, EAA, Brüssel (1999).

[Tsi10] D. Tsivoulas, P. Prangnell, C. Sigli, B. Bès: Adv. Mat. Res. 89-91 (2010), 568-573.

[Tsi14] D. Tsivoulas, P. Prangnell: Acta Mater. 77 (2014), 1-16.

[Tsi15] S. Tsivoulas: Metall. Mater. Trans. 46A (2015), 2342-2346.

[uDi14] S. ud Din, H. Bin Awais, N ul Haq Tariq, M. Mehmood: Int. J. Mater. Res. (1986), 770-777.

[Vas89] A. K. Vasudévan, R.D. Doherty, S. Suresh; In: Aluminum Alloys – Contemporary Research and Applications 31 (1989) 445-462.

[VES] http://jp-minerals.org/vesta/en/doc.html, Zugriff: 17.12.2015; 12:31

[Wan05] S.C. Wang, M.J. Starink: Int. Mater. Rev. 50 (2005), 193-215.

[Wan89] S. Wang, C. Li, M. Yan: Mat. Res. Bull. 24 (1989), 1267-1270.

[Wan98] Z.M. Wang, R.N. Shenoy: NASA/CR-1998-206914, Langley Research Center Hampton, Virginia 23681-2199 (1998)

[Wan10] W. Warnken: Rekristallisationsverhalten der Aluminiumlegierungen EN-AW-6005A in Abhängigkeit der Parameter beim indirekten Strangpressen, Diplomarbeit TU Berlin, 2010.

[War89] C.J. Warren, R.J. Rioja; In: Proceedings of the Fifth International Aluminum-Lithium Conference (Hrsg. T.H. Sanders, Jr., E.A. Starke, Jr.), Materials and Component Engineering Publication Ltd. (1989), 417-430.

[War06] T. Warner: Mater. Sci. Forum 519-521 (2006), 568-573.

[Was35] G. Wassermann, J. Weerts: Metallwirtschaft 14 (1935), 605.

[Wei96] Y.H. Wei, S.T. Wang: Mater. Lett. 28 (1996), 123-127.

[Whi90] C. E. Whitman: An examination of delta prime growth in an aluminum-lithium alloy by X-ray diffraction, Master Thesis Naval Postgraduate School Monterey, 1990.

[Wil75] D.B. Williams, J.W. Edington: Met. Sci. 9 (1975), 529-532.

[Yos03a] R. Yoshimura, T.J. Konno, E. Abe, K. Hiraga: Acta Mater. 51 (2003), 2891-2903.

[Yos03b] R. Yoshimura, T.J. Konno, E. Abe, K. Hiraga: Acta Mater. 51 (2003), 4251-4266.

[Zak03] V.V. Zakharov: Met. Sci. Heat Treat+ 45 (2003), 49-53.

[Zha89] C.B. Zhang, W. Sun, H.Q. Ye: Phil. Mag. Lett. 59 (1989), 266-271.

[Zho14] J. Zhong, Z. Zheng, X. Luo: Mater. Sci. Forum 794-796 (2014), 1050-1056.

[Zhu99] A.W. Zhu, A. Csontos, E.A. Starke Jr.: Acta Mater. 47 (1999), 1713-1721.

Anhang A: Tabellen

Tabelle A-1: Übersicht der gemäß Registration Record Series Teal Sheet [AA15] angemeldeten Al-Li-Legierungen vom Jahre 1984 bis 2014

		Chemische Zusammensetzung [Gew.%]																Verunreinigungen	
Jahr	AA	Cu	Mg	Mn	Li	Zn	Sc	Ag	Zr	Ti	Si	Fe	Ni	Cr	V	Ga	Cd	einzeln	in Summe
?	2020	4,0-5,0	≤ 0,03	0,3-0,8	0,9-1,7	≤ 0,25				≤ 0,1	≤ 0,4	≤ 0,4					0,1-0,35	≤ 0,05	≤ 0,15
?	1464	3,0-3,2	≤ 0,3	≤ 0,28	1,6-1,8		0,05-0,09												
1984	8090	1,0-1,6	0,6-1,3	≤ 0,1	2,2-2,7	≤ 0,25			0,04-0,16	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,3		≤ 0,1					
1984	2090	2,4-3,0	≤ 0,25	≤ 0,05	1,9-2,6	≤ 0,1			0,08-0,15	≤ 0,15	≤ 0,1	≤ 0,12		≤ 0,05					
1985	8091	1,6-2,2	0,5-1,2	≤ 0,1	2,4-2,8	≤ 0,25			0,08-0,16	≤ 0,1	≤ 0,3	≤ 0,5		≤ 0,1					
1985	2091	1,8-2,5	1,1-1,9	≤ 0,1	1,7-2,3	≤ 0,25			0,04-0,16	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,3		≤ 0,1					
1990	8093	1,0-1,6	0,9-1,6	≤ 0,1	1,9-2,6	≤ 0,25				≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1		≤ 0,1					
1990	2094	4,4-5,2	0,25-0,8	≤ 0,25	0,7-1,4	≤ 0,25		0,25-0,6	0,04-0,18	≤ 0,1	≤ 0,12	≤ 0,15							
1990	2095	3,9-4,6	0,25-0,8	≤ 0,25	0,7-1,5	≤ 0,25		0,25-0,6	0,04-0,18	≤ 0,1	≤ 0,12	≤ 0,15							
1992	2195	3,7-4,3	0,25-0,8	≤ 0,25	0,8-1,2	≤ 0,25		0,25-0,6	0,08-0,16	≤ 0,1	≤ 0,12	≤ 0,15							
1993	2097	2,5-3,1	≤ 0,35	0,1-0,6	1,2-1,8	≤ 0,35			0,08-0,16	≤ 0,15	≤ 0,12	≤ 0,15							
1993	2197	2,5-3,1	≤ 0,25	0,1-0,5	1,3-1,7	≤ 0,05			0,08-0,15	≤ 0,12	≤ 0,1	≤ 0,1							
1997	2297	2,5-3,1	≤ 0,25	0,1-0,5	1,1-1,7	≤ 0,05			0,08-0,15	≤ 0,12	≤ 0,1	≤ 0,1							
2000	2196	2,5-3,3	0,25-0,8	≤ 0,35	1,4-2,1	≤ 0,35		0,25-0,6	0,04-0,18	≤ 0,1	≤ 0,12	≤ 0,15							
2000	2098	3,2-3,8	0,25-0,8	≤ 0,35	0,8-1,3	≤ 0,35		0,25-0,6	0,04-0,18	≤ 0,1	≤ 0,12	≤ 0,15							
2002	2397	2,5-3,1	≤ 0,25	0,1-0,5	1,1-1,7	0,05-0,15			0,08-0,15	≤ 0,12	≤ 0,1	≤ 0,1							
2003	2099	2,4-3,0	0,1-0,5	0,1-0,5	1,6-2,0	0,4-1,0			0,05-0,12	≤ 0,1	≤ 0,05	≤ 0,07							
2004	2050	3,2-3,9	0,2-0,6	0,2-0,5	0,7-1,3	≤ 0,25		0,2-0,7	0,06-0,14	≤ 0,1	≤ 0,08	≤ 0,1	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,05		
2005	2198	2,9-3,5	0,25-0,8	≤ 0,5	0,8-1,1	≤ 0,35		0,1-0,5	0,04-0,18	≤ 0,1	≤ 0,08	≤ 0,1		≤ 0,05					
2005	2199	2,3-2,9	0,05-0,4	0,1-0,5	1,4-1,8	0,2-0,9			0,05-0,12	≤ 0,1	≤ 0,05	≤ 0,07							
2010	2296	2,1-2,8	0,2-0,8	0,05-0,5	1,3-1,9	≤ 0,25		0,25-0,6	0,04-0,18	≤ 0,1	≤ 0,12	≤ 0,15							
2011	2060	3,4-4,5	0,6-1,1	0,1-0,5	0,6-0,9	0,3-0,5		0,05-0,5	0,05-0,15	≤ 0,1	≤ 0,07	≤ 0,07							
2012	2055	3,2-4,2	0,2-0,6	0,1-0,5	1,0-1,3	0,3-0,7		0,2-0,7	0,05-0,15	≤ 0,1	≤ 0,07	≤ 0,1							
2012	2065	3,8-4,7	0,25-0,8	0,15-0,5	0,8-1,5	≤ 0,3		0,15-0,5	0,05-0,15	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1							
2012	2076	2,0-2,7	0,2-0,8	0,15-0,5	1,2-1,8	≤ 0,3		0,15-0,4	0,05-0,16	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1							
2013	2070	2,9-3,8	0,05-0,4	0,1-0,5	1,0-1,4	0,1-0,5			0,05-0,15	≤ 0,1	≤ 0,12	≤ 0,15							
2013	2295	3,9-4,5	0,25-0,8	≤ 0,1	0,9-1,3	≤ 0,25		0,1-0,5	0,05-0,15	≤ 0,1	≤ 0,08	≤ 0,08							
2014	2395	3,6-4,3	0,25-0,8	≤ 0,35	0,9-1,4	≤ 0,25		0,1-0,45	0,05-0,15	≤ 0,1	≤ 0,08	≤ 0,1							
2014	2075	4,1-4,6	0,3-0,8	≤ 0,1	0,7-1,1	≤ 0,2		0,1-0,3	0,08-0,16	≤ 0,05	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,05	≤ 0,05			≤ 0,05		
2014	2085	2,2-2,7	0,3-0,8	≤ 0,1	1,3-1,9	≤ 0,2		0,1-0,4	0,08-0,16	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,05	≤ 0,05			≤ 0,05		

Anhang B: Abbildungen

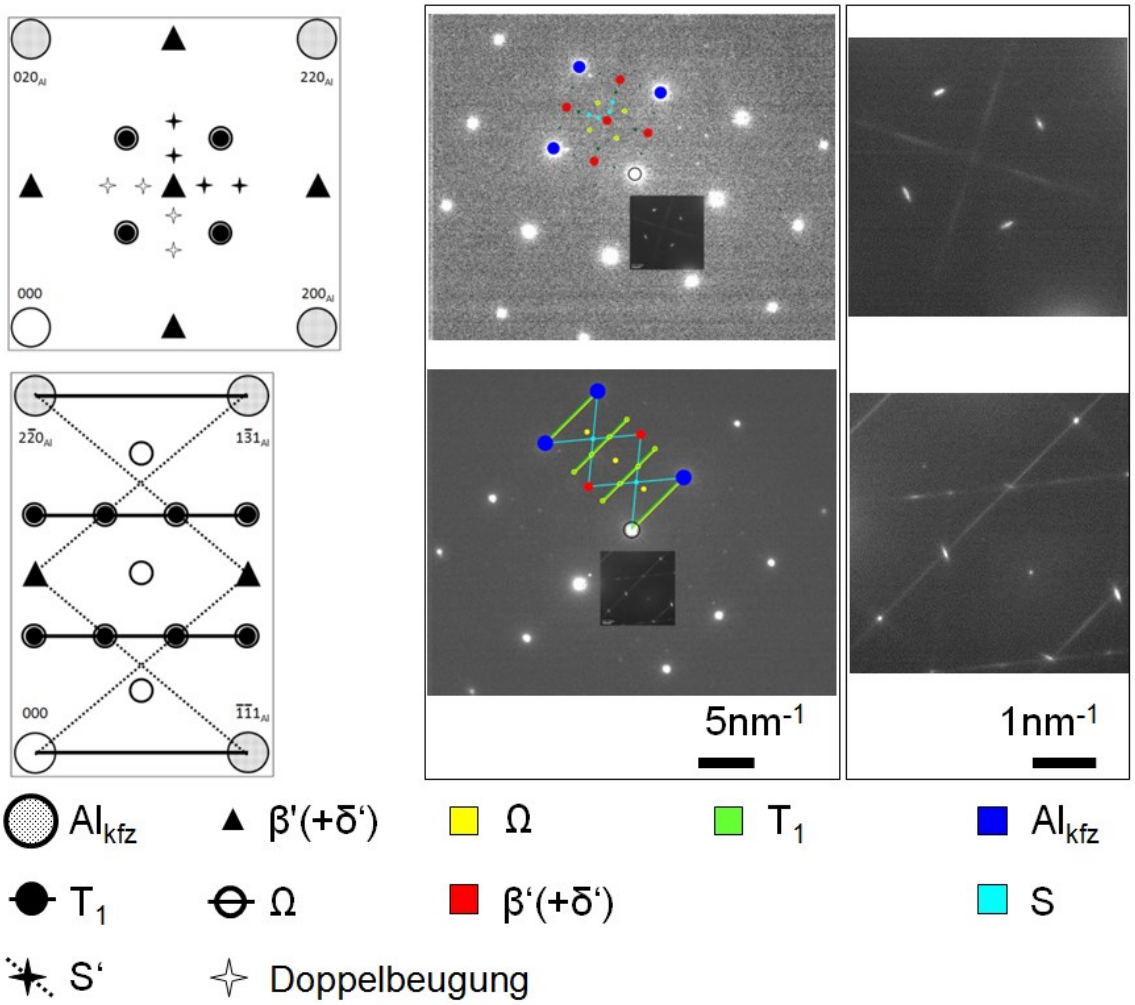


Abb. B-1: Legierung XL01 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, S- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe)

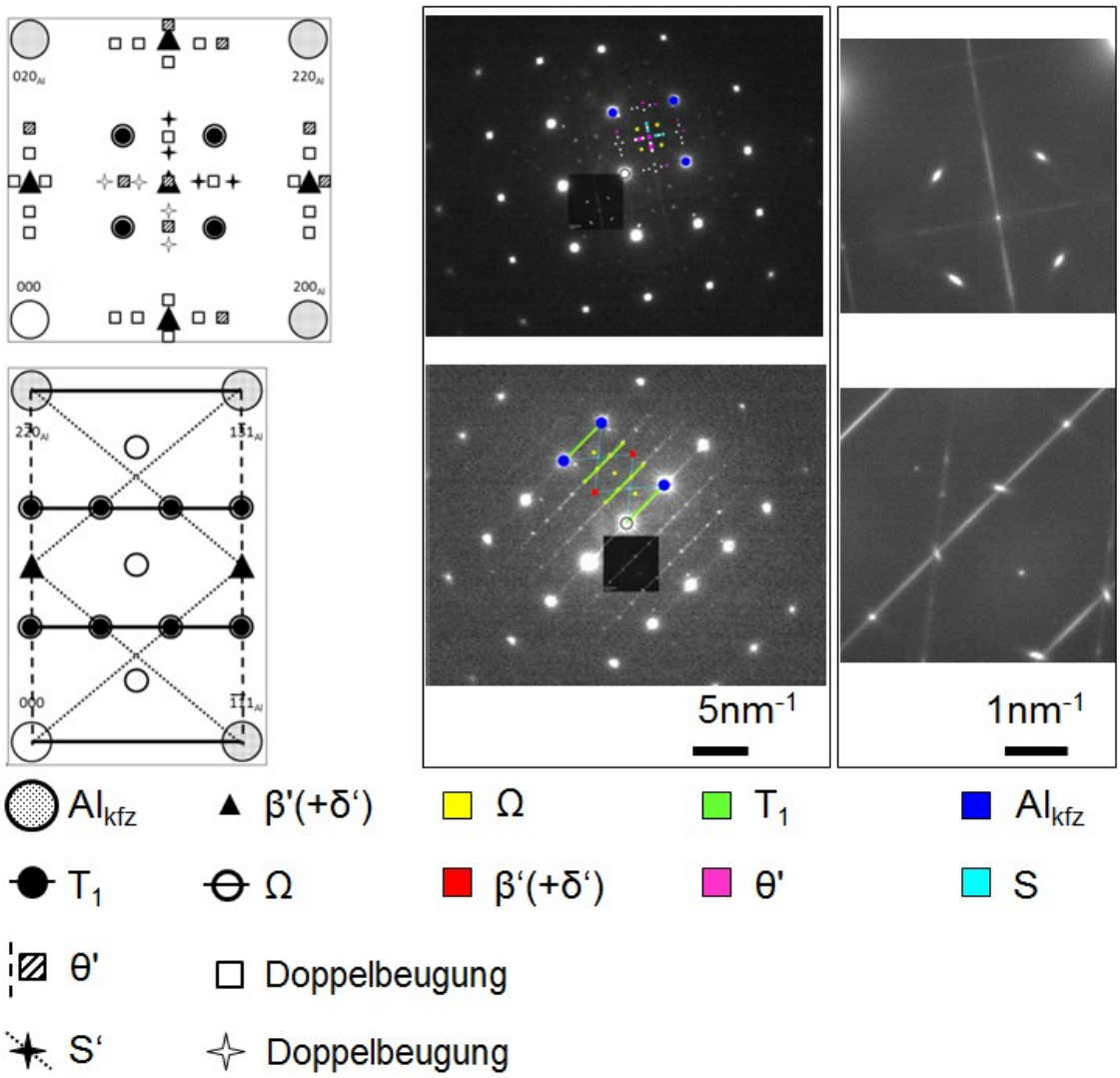


Abb. B-2: Legierung XL02 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, S-, θ' und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe)

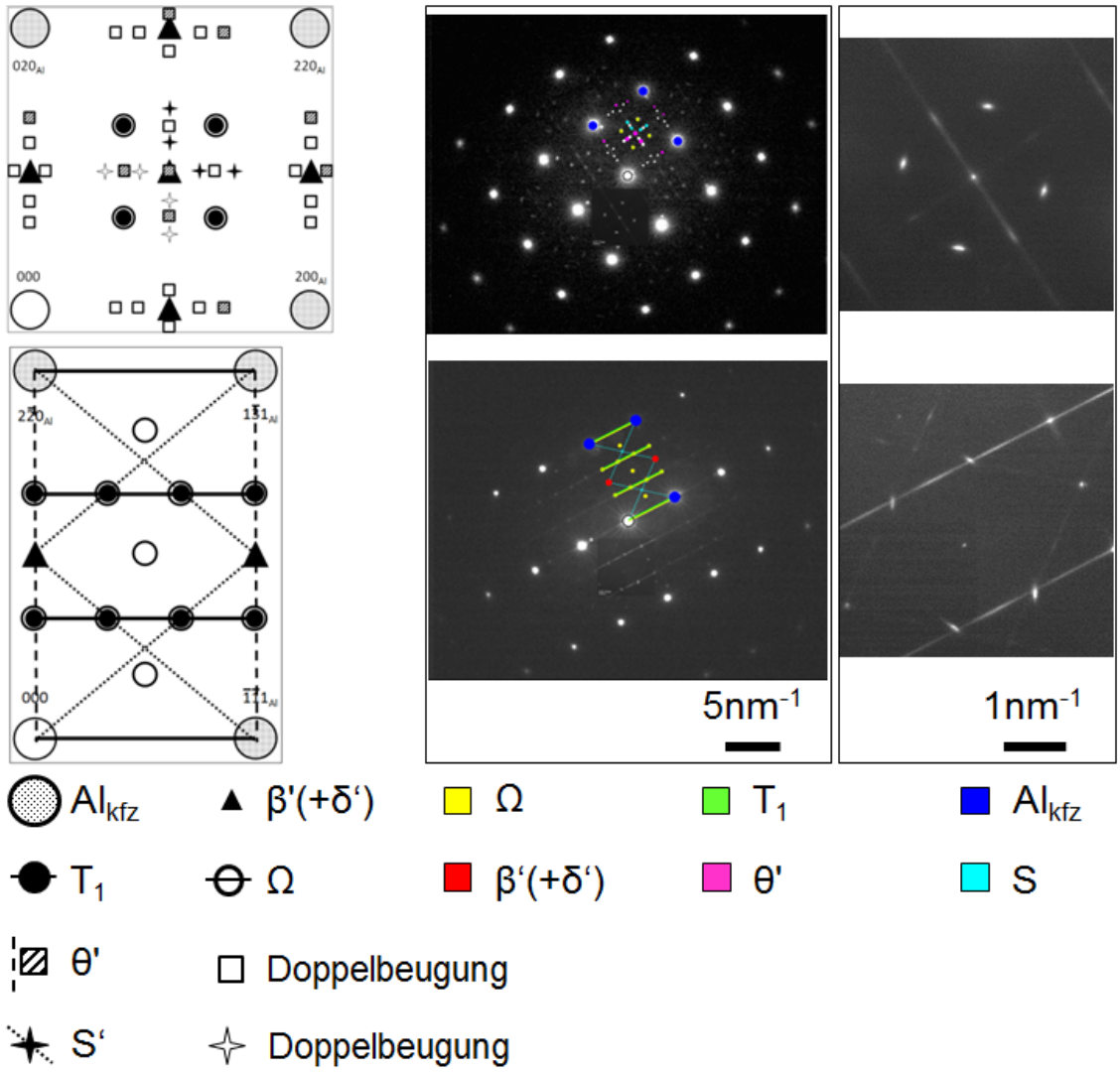


Abb. B-3: Legierung XL08 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, S-, θ‘- und β‘(+δ‘)-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe)

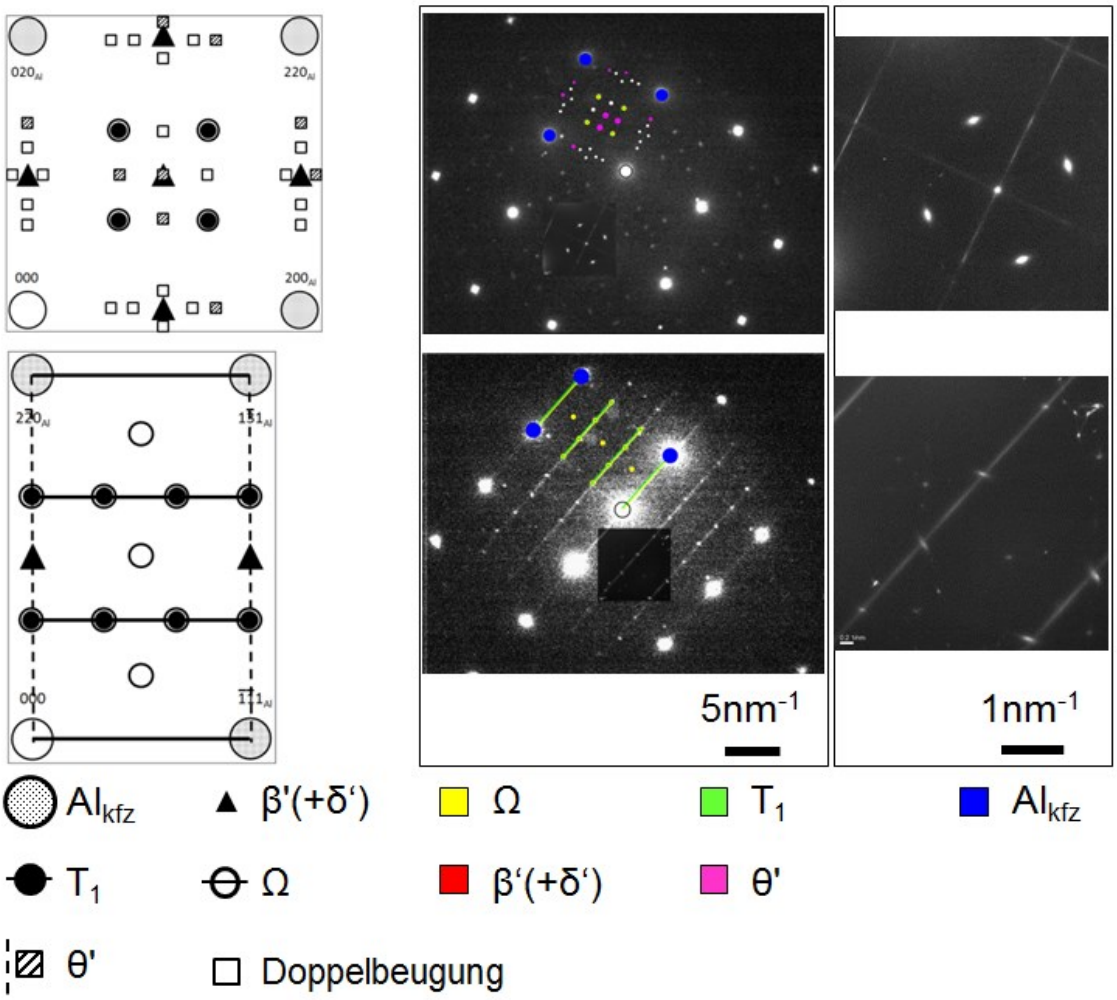


Abb. B-4: Legierung XL10 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, θ'- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe)

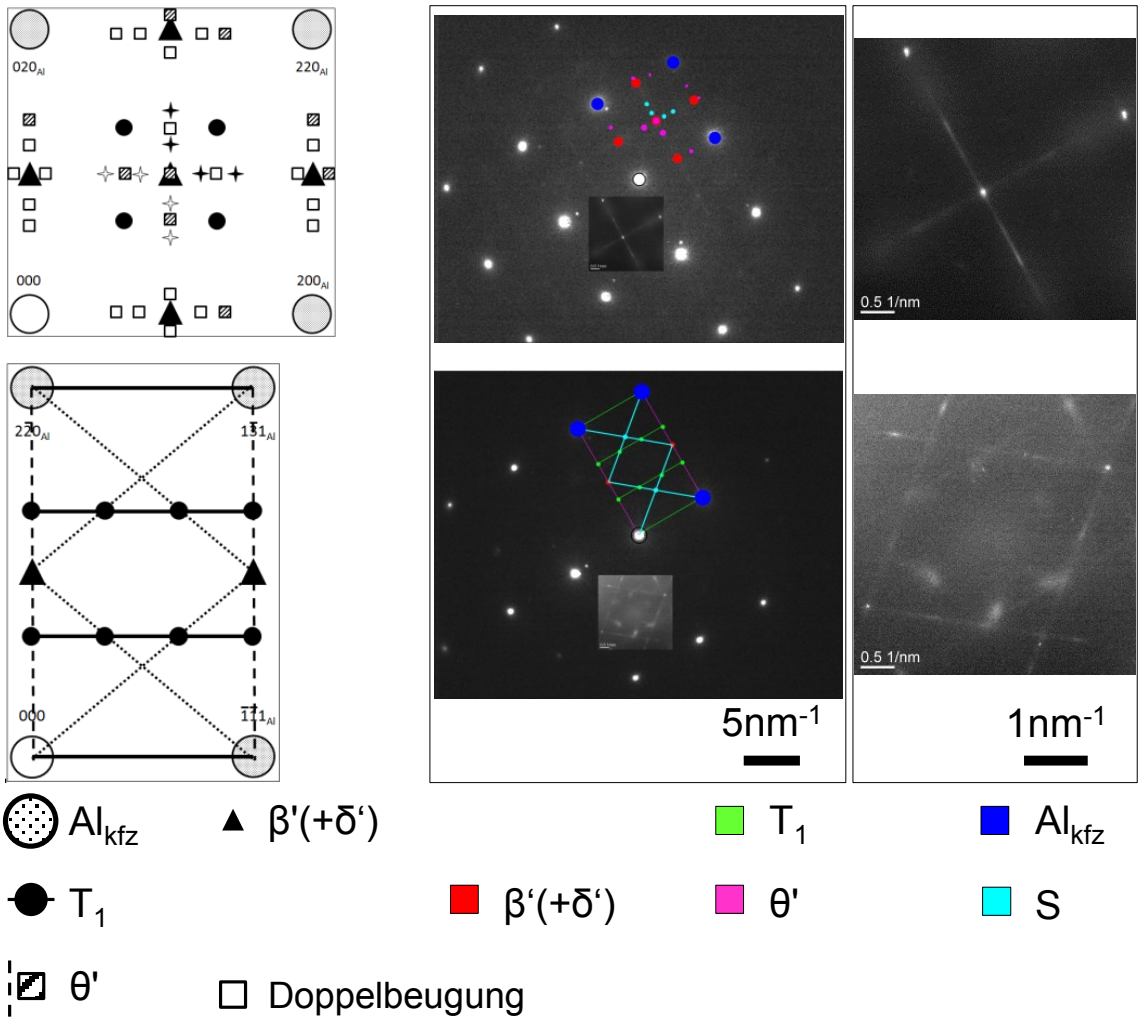


Abb. B-5: Legierung XL11 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, S- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe)

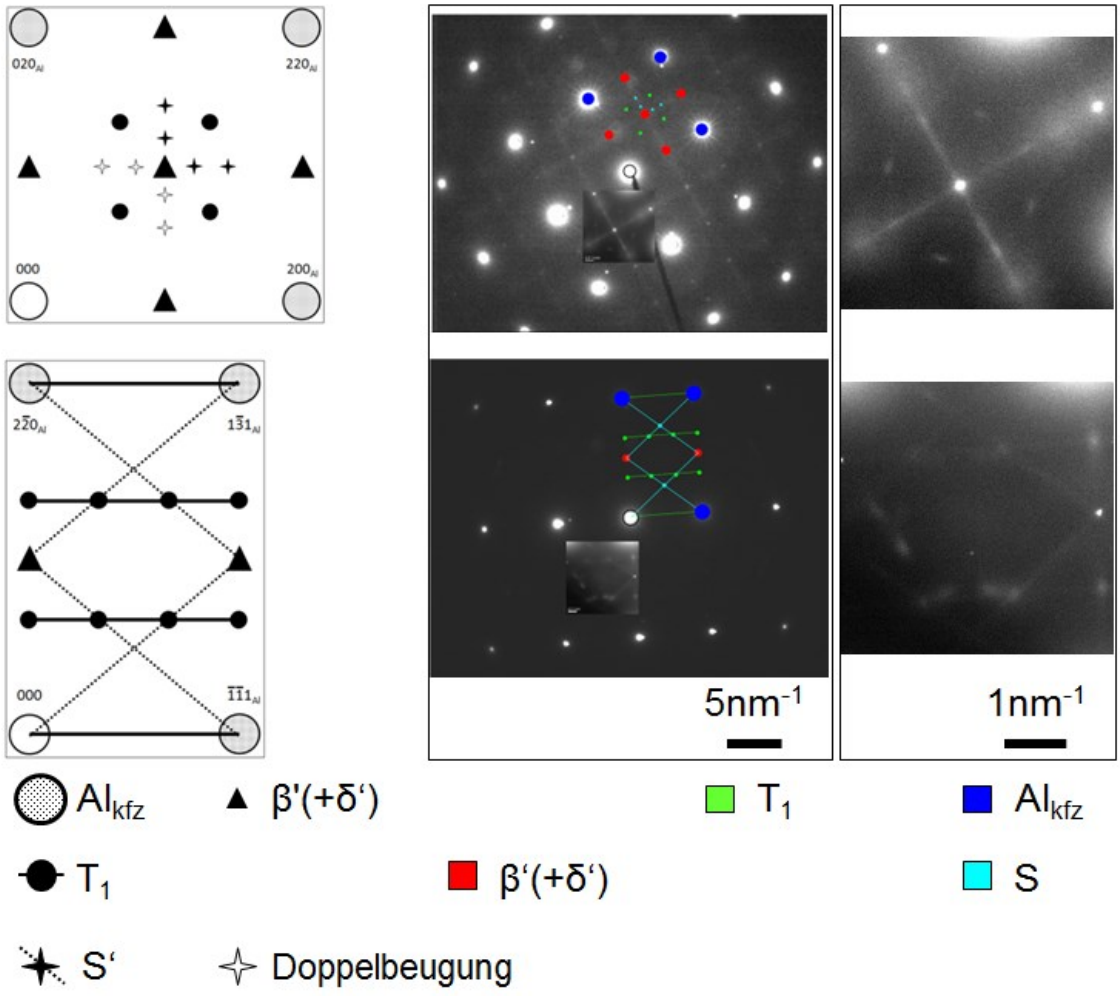


Abb. B-6: Legierung XL13 (153 °C, 8h) mit identifizierter T1-, S- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe)

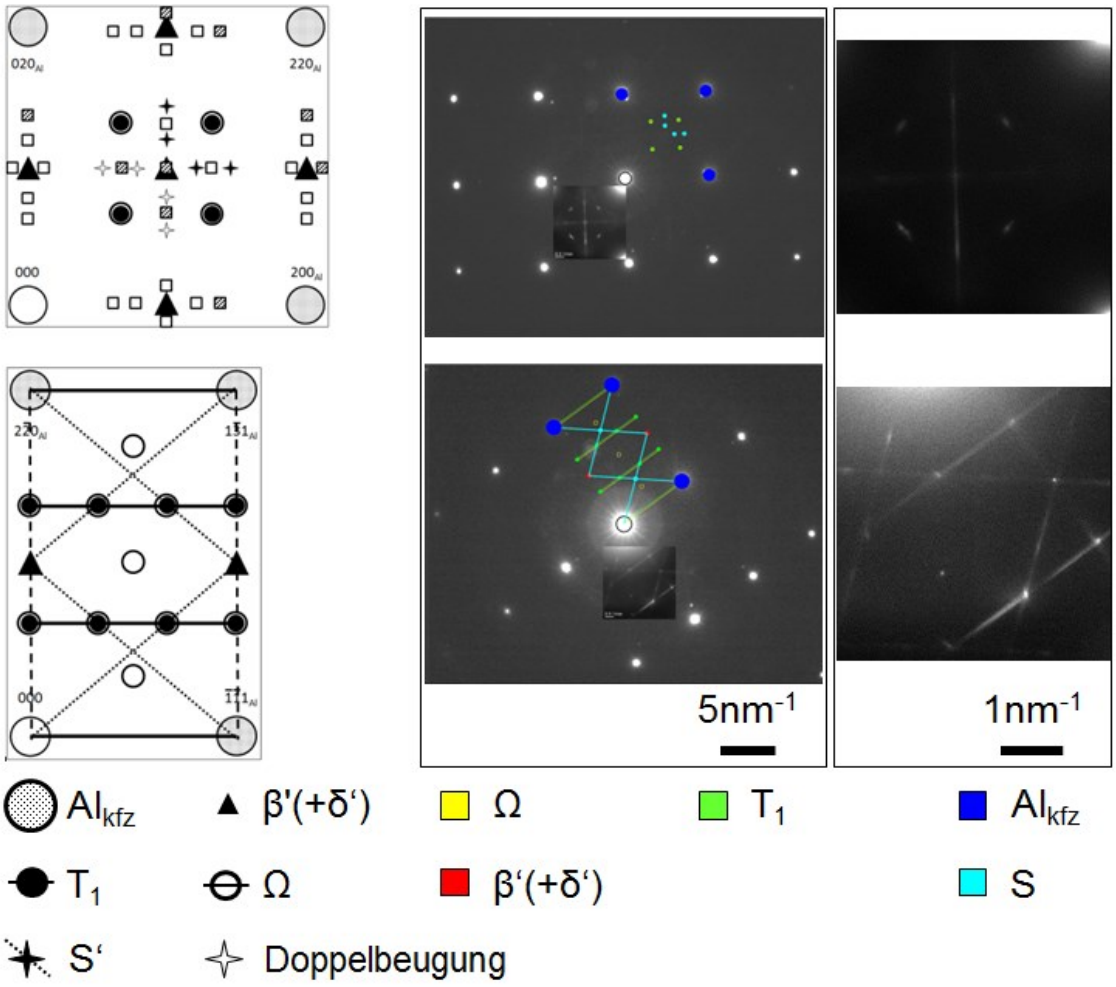


Abb. B-7: Legierung XL13 (153 °C, 24h) mit identifizierter Ω/T1-, S- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe)

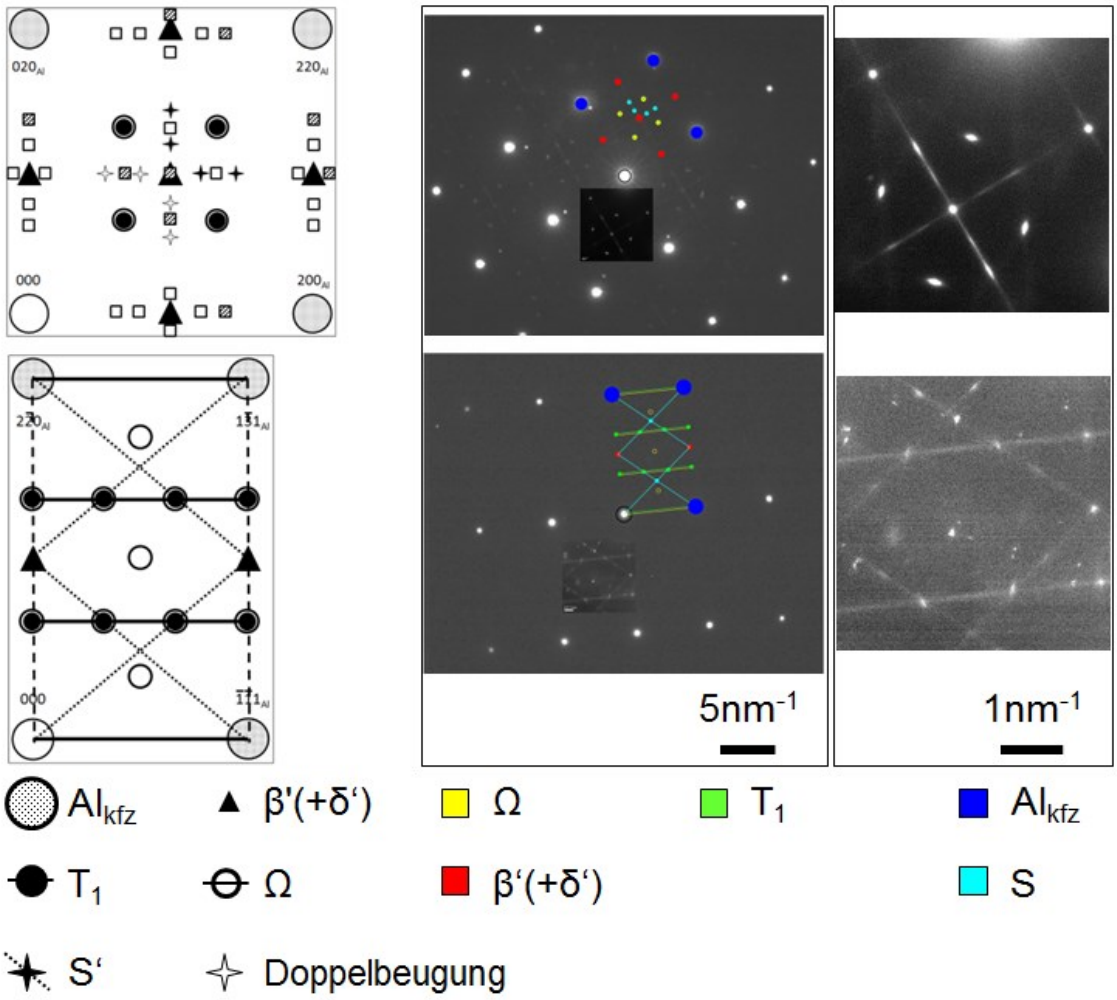


Abb. B-8: Legierung XL13 (153 °C, 48h) mit identifizierter Ω/T1-, S- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe)

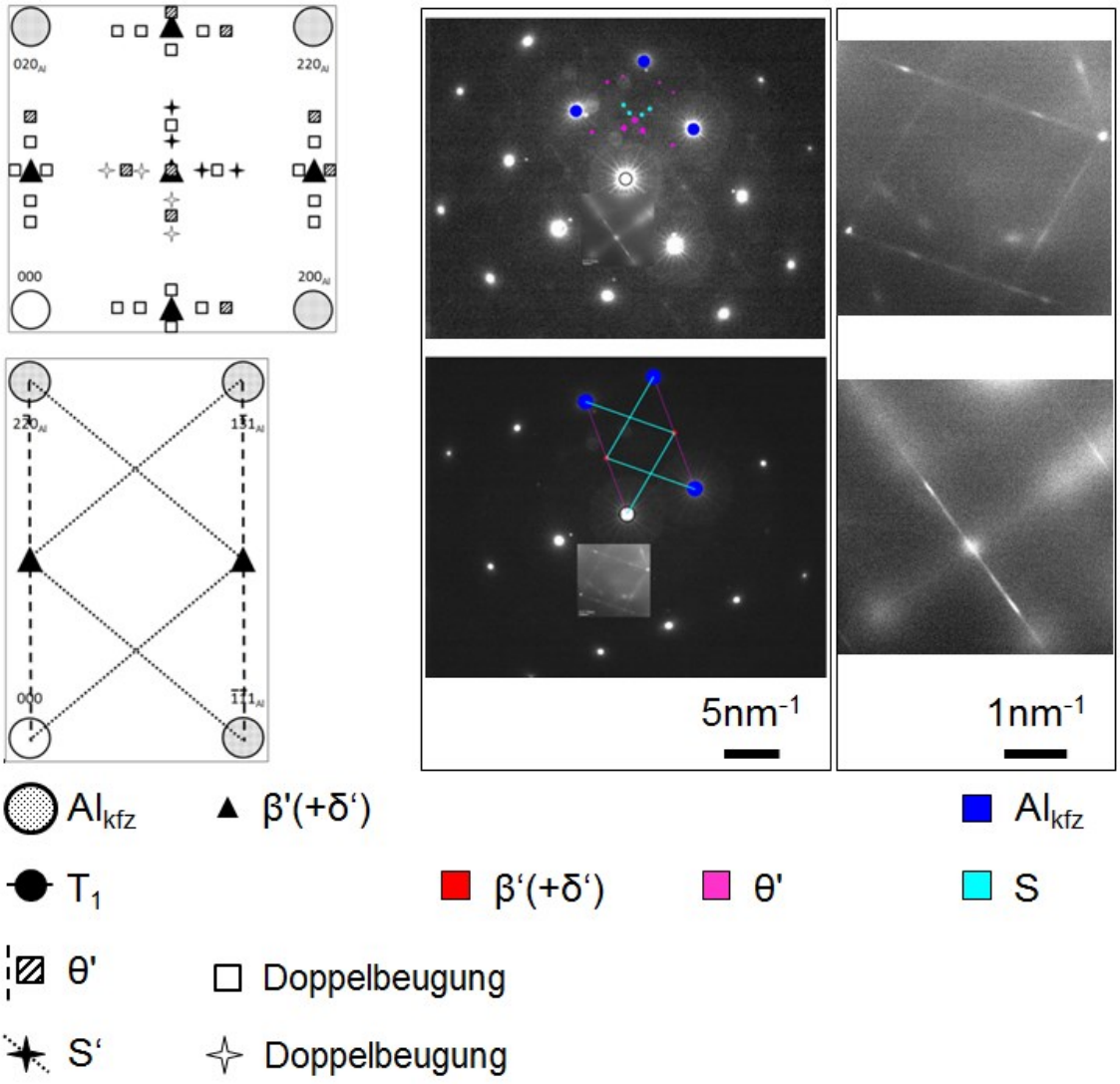


Abb. B-9: Legierung XL14 (153 °C, 24h) mit identifizierter S-, θ'- und β'(+δ')-Phase durch die schematische Darstellung der Beugungsreflexe (links) und den Vergleich von einem Beugungsbild mit einer zugehörigen Simulation (rechts), ZA $[001]_{Al}$ (obere Bildreihe) und ZA $[112]_{Al}$ (untere Bildreihe)

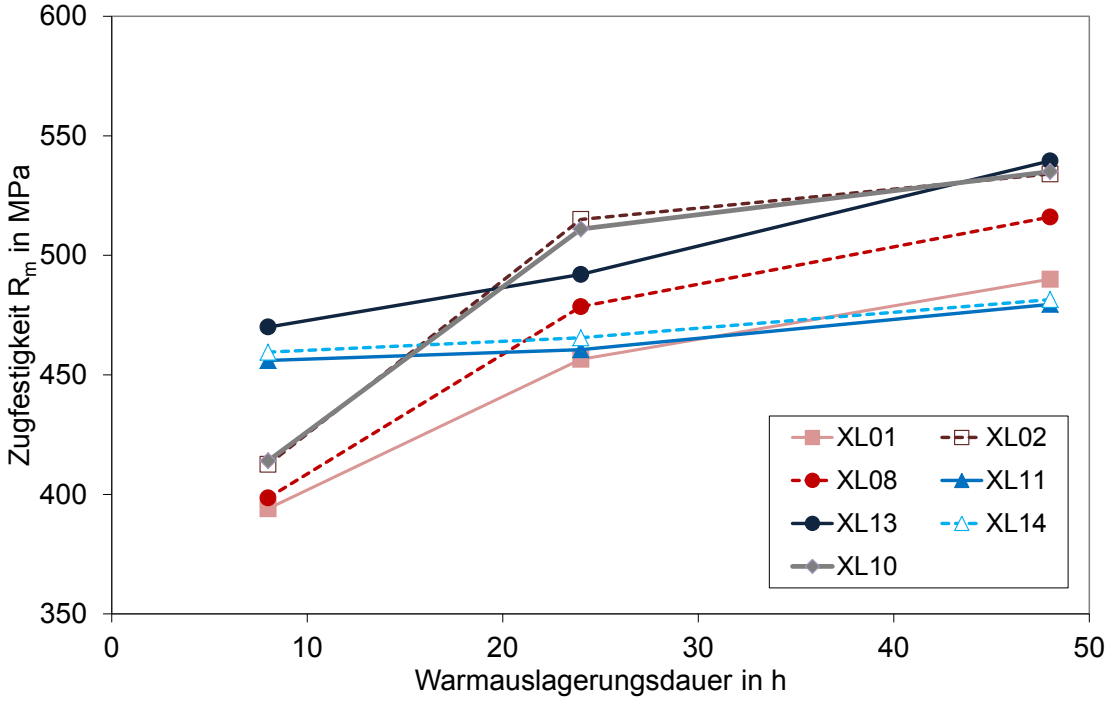


Abb. B-10: Zugfestigkeitsentwicklung (R_m, absolute Messunsicherheit ± 3 MPa) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; LT-Richtung.

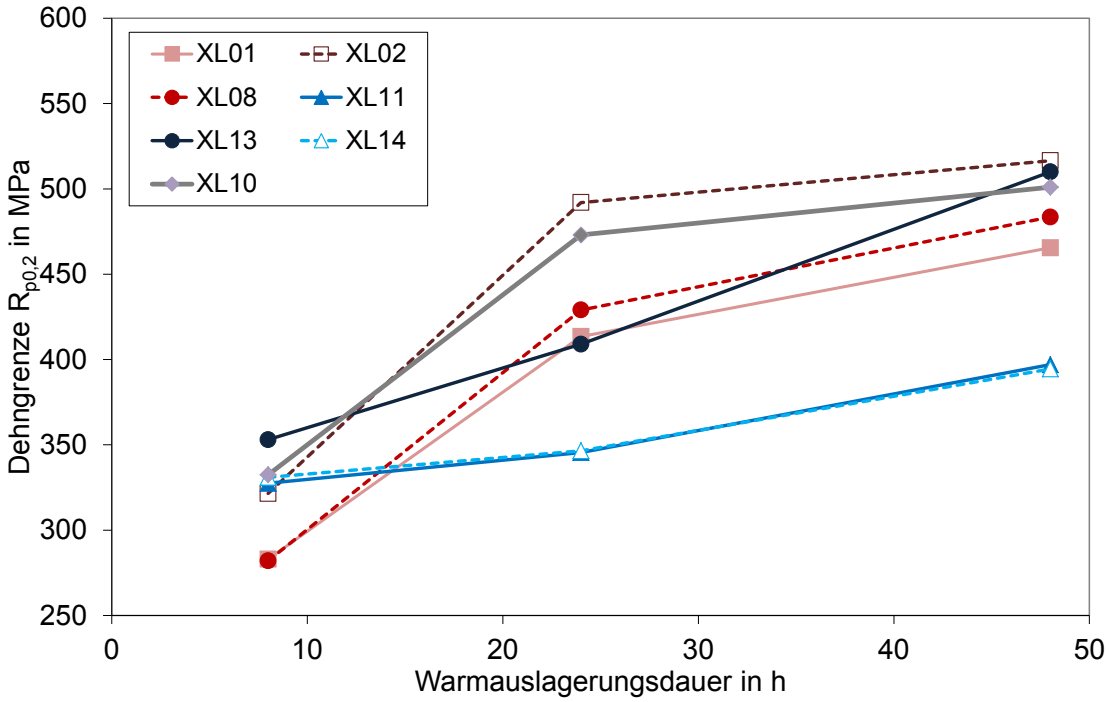


Abb. B-11: 0,2 % Dehngrenzen ($R_{p0,2}$, absolute Messunsicherheit ± 2 MPa) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; LT-Richtung.

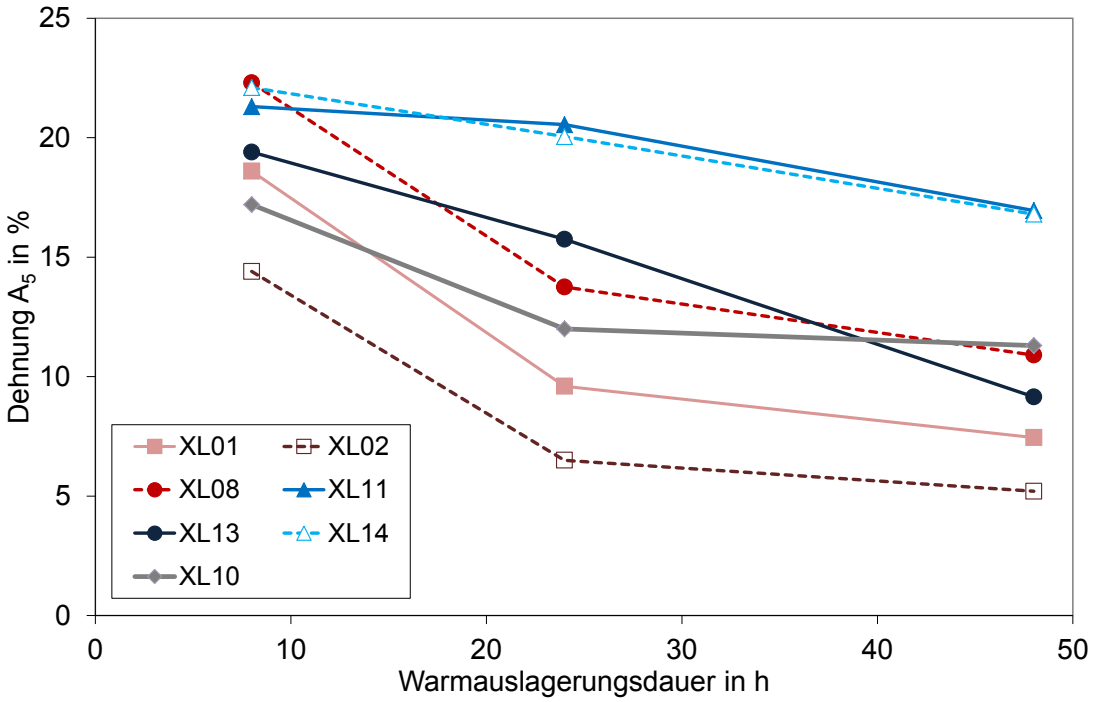


Abb. B-12: Bruchdehnungsverlauf (A_5, absolute Messunsicherheit ± 0,4 %) aller Versuchslegierungen XL01, XL02, XL08, XL11, XL13 und XL14 in Relation zur Referenzlegierung XL10 bei einer Warmauslagerungstemperatur von 153 °C und einer Auslagerungsdauer von 8h, 24h und 48h; L-Richtung.